

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

# Diplomová práce

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

Zlepšování užitných vlastností střížných nástrojů  
povlakováním

Improvement of Properties Coating Shearing Tools

Student:

Bc. Janusz Górecki

Vedoucí diplomové práce:

doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Ostrava 2013

## Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Janusz Górecki**  
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie  
Specializace: 20 Strojírenská technologie  
Téma: **Zlepšování užitečných vlastností střížných nástrojů povlakováním**  
**Improvement of Properties Coating Shearing Tools**

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte současný stav povlakování nástrojů.
2. Prostudujte technologie povlakování PVD a PACVD.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proveďte experimentální práce a jejich vyhodnocení.
5. Zpracujte technickou zprávu včetně ekonomického zhodnocení.

Seznam doporučené odborné literatury:

PODJUKLOVÁ, J.: *Speciální technologie povrchových úprav I.* Učební texty VŠB – TU Ostrava, 1994.  
1. vydání. 71 s. ISBN 80-7078-235-8.  
BURAKOWSKI, T., WIERZCHOŃ, T.: *Surface Engineering of Materials.* CRC Press LLC, 1999. 592 s.  
ISBN 0-8493-8225-4.

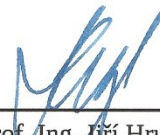
Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 14.12.2012

Datum odevzdání: 20.05.2013



  
\_\_\_\_\_  
prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.  
vedoucí katedry

  
\_\_\_\_\_  
doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.  
děkan fakulty

### Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 15.5.2013 .....

.....  
podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/200 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 – školní dílo.
- беру на ве́доміі, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB – TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB – TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- было sjednáно, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- было sjednáно, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́доміі, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 15.5.2013

.....  
podpis

Bc. Janusz Górecki

Jana Čapka 3078

738 01 Frýdek – Místek

## ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

GÓRECKI, J. *Zlepšování užitných vlastností střížných nástrojů povlakováním: diplomová práce.*

Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2013, 89 s. Vedoucí práce: Podjuklová, J.

Cílem mé diplomové práce je zlepšení užitných vlastností střížných nástrojů povlakováním metodou PACVD a PVD ve firmě VÚHŽ, a.s. Dobrá. První část je věnována rozboru současného stavu povlakování a vysvětlení použitých povlaků a technologií povlakování. V druhé části diplomové práce, je navržena metodika experimentálních prací pro vyhodnocení kvality nanesených povlaků. Ve třetí části byly použity tři varianty povlaků, které se liší svým chemickým složením. Byly provedeny zkoušky pro ověření jejich kvality a výsledky byly vyhodnoceny. Úkolem mé práce, na základě vyhodnocení provozních výsledků životnosti střížných nástrojů a ekonomického zhodnocení, je zjištění, který z povlaků bude nejvhodnější pro použití.

## ANNOTATION OF MASTER THESIS

GÓRECKI, J. *Improvement of Properties Coating Shearing Tools : Master Thesis.* Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2013, 89 p. Thesis head: Podjuklová, J.

The aim of my thesis is improving of useful properties of cutting tools through thin films coating prepared by PACVD and PVD in company VÚHŽ, a.s. Dobrá. The first part is devoted to the analysis of the current state of coatings and explanation of coating technology. In the second part of the thesis, is suggested to methodology of experimental work for evaluation of the quality of deposited coatings. Third part included three different coatings carried out tests for verification of the quality of the deposited thin films. The main task of the thesis, based on the evaluation of operating performance and life of the cutting tools, is to determine which coatings will be most suitable for application for industrial use.

# Obsah

<b>Úvod.....</b>	<b>10</b>
<b>1 Představení společnosti.....</b>	<b>11</b>
1.2 Povlakovací centrum VÚHŽ, a.s. ....	12
<b>2 CHARAKTERISTIKA POVLAKOVACÍCH METOD .....</b>	<b>14</b>
2.1 Metoda CVD .....	14
2.2 Metoda PACVD .....	17
2.3 Metoda PVD .....	20
<b>3 DRUHY POVLAKU A JEJICH POUŽITÍ .....</b>	<b>25</b>
3.1 Povlaky pro řezné a střížné nástroje .....	27
3.2 Povlaky pro tváření .....	28
3.3 Povlaky pro tlakové lití barevných kovů .....	29
3.4 Kluzné vrstvy DLC .....	29
<b>4 PŘÍPRAVA POVRCHU PŘED DEPOZICÍ .....</b>	<b>31</b>
4.1 Mechanické úpravy povrchu .....	32
4.1.1 Úprava řezných hran .....	32
4.1.2 Otryskávání .....	33
4.2 Chemické úpravy povrchu .....	34
4.2.1 Odmašťování .....	34
4.3 Iontové čištění .....	36
4.4 Odpovlakování – stripping .....	37
<b>5 MĚŘENÍ VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEV .....</b>	<b>38</b>
5.1 Tloušťka vrstvy .....	38
5.1.1 Metoda KALOTEST .....	38
5.1.2 Rastrovací elektronový mikroskop Quanta 450 FEG .....	39
5.2 Mikrotvrdost a nanotvrdost .....	40
5.3 Adheze .....	41
5.3.1 Scratch test .....	41
5.3.2 Vnikací zkouška .....	42
5.4 Součinitel tření .....	42
5.4.1 Ball on Disc .....	42
5.5 Drsnost povrchu .....	43
<b>6 METODIKA EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI .....</b>	<b>44</b>
<b>7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>45</b>
7.1 Zkušební vzorky .....	45
7.1.1 Chemické složení oceli DIN/EN 1.3554 .....	45
7.2 Čištění a odmaštění .....	46
7.3 Použité druhy povlaků .....	46
7.3.1 Nanášení povlaku TiN/TiB <sub>2</sub> .....	47
7.3.2 Nanášení povlaku TiBC/TiB <sub>2</sub> + TiN .....	51
7.3.3 Nanášení povlaku TiBC/TiB <sub>2</sub> .....	52
7.3.4 Nanášení DLC ta-C povlaku metodou PVD .....	54
7.3.5 Nanášení DLC a-C:H povlaku metodou PACVD .....	57
<b>8 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY POVLAKU .....</b>	<b>59</b>

8.1 Měření metodou KALOTEST .....	59
8.2 Měření rastrovacím elektronovým mikroskopem .....	60
8.3 Vyhodnocení měření .....	62
<b>9 MĚŘENÍ DRSNOSTI POVRCHU .....</b>	<b>64</b>
9.1 Vyhodnocení měření drsnosti .....	67
<b>10 MĚŘENÍ TVRDOSTI POVLAKU .....</b>	<b>68</b>
10.1 Vyhodnocení měření .....	69
<b>11 MĚŘENÍ TRIBOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ .....</b>	<b>70</b>
11.1 Ball on Disc .....	70
11.2 Vyhodnocení měření .....	71
<b>12. MĚŘENÍ ADHEZE POVLAKU .....</b>	<b>72</b>
12.1 Scratch test .....	72
12.2 Vnikající zkouška .....	74
12.3 Vyhodnocení měření .....	75
<b>13 CHEMICKÉ SLOŽENÍ POVLAKU .....</b>	<b>77</b>
13.1 Vyhodnocení analýzy .....	80
<b>14 PROFILOVÁ ANALÝZA VRSTVY POVLAKU .....</b>	<b>81</b>
14.1 Vyhodnocení analýzy .....	82
<b>15 ZÁVĚR .....</b>	<b>85</b>
<b>16 POUŽITÁ LITERATURA .....</b>	<b>87</b>



## Seznam použitých značek a symbolů:

veličina	popis	jednotka
Ar	argon	
At	atomární množství chemického složení	[%]
B	bor	
C	uhlík	
CVD	Chemical Vapour Deposition	[-]
ČSN	Česká státní norma	[-]
DLC	Diamond Like Carbon	[-]
EN	Evropská norma	[-]
H	vodík	
HRC	tvrdost podle Rockwella	[N/mm <sup>2</sup> ]
HRV	tvrdost dle Vickerse	[N/mm <sup>2</sup> ]
Hz	jednotka frekvence	[-]
ISO	Mezinárodní organizace pro normalizaci	[-]
N	jednotka síly	[N]
N	dusík	
NH <sub>3</sub>	čpavek	
O	kyslík	
PACVD	Plasma Activated Chemical Vapour Deposition	[-]
Pa	jednotka tlaku	[Pa]
PVD	Physical Vapour Deposition	[-]
R <sub>a</sub>	střední aritmetická úchylka profilu	[μm]
Wt	váhové množství chemického složení	[%]
g	hmotnost	[10 <sup>-3</sup> kg]
l	délka	[mm]
mm	milimetr – délková míra	[-]
pH	koncentrace H <sub>2</sub> O	[-]
t	tloušťka vrstvy povlaku	[μm]
μm	mikrometr	[10 <sup>-6</sup> m]
λ <sub>c</sub>	rozhraní mezi složkami drsnosti a vlnitosti	[mm]

## Úvod

Technologií povlakování je několik, rozsah používaného chemického složení povlaků je široký. Z množství publikací nelze jednoznačně vyhodnotit, které varianty technologických postupů povlakování a chemického složení tenkých vrstev mají výrazný klad oproti jiným, neboť údaje nejsou většinou kompletní a vlastnosti vrstev nejsou vyhodnocovány za stejných podmínek.

Stále rostoucí snaha o zvyšování produktivity práce nutí výrobce používat nástroje s delší životností. Tento problém lze řešit použitím nových vhodnějších materiálů nástrojů, ale podstatně dražších, nebo lze prodloužit životnost nástrojů povlakováním.

Zásadní zlom ve zdokonalení střižných nástrojů přineslo právě povlakování. Díky těmto novým technologiím se trvanlivost nástrojů několikanásobně zvýšila. Dnes je možné povlakovat skoro jakýkoliv materiál. Technologie povlakování dává dohromady dva protichůdné požadavky na materiál nástroje, tvrdost a houževnatost. Nanesené povlaky jsou tvrdší, než materiál, ze kterého je nástroj vyroben. Takto je v podstatě vytvořen nástroj s houževnatým jádrem a tvrdým povrchem. Povlaky mají také nižší koeficient tření, což se projevuje na menším tepelném zatížení nástroje.

Dnes již neexistuje povlak, typu monovrstvy, který by splňoval komplexní požadavky kladené na moderní povlaky, tedy zejména tvrdost, houževnatost, nízký koeficient tření, odolnost proti erozi, tepelnou stabilitu i za zvýšených teplot, vysokou odolnost proti opotřebení. Pro získání vrstev, které splňují komplex výše uvedených nároků a maximálně tak zvyšují životnost povlakovaných nástrojů, je nutné nanášet povlaky sendvičového charakteru.

# 1 Představení společnosti

Akciová společnost VÚHŽ vznikla 1. května 1992 kupónovou privatizací ze státního podniku Výzkumný ústav hutnictví železa, původně založeného 1. dubna 1948 tehdejším generálním ředitelstvím Československé hutě pod názvem Ocelářský výzkumný ústav se sídlem v Praze. Od roku 1972 sídlí VÚHŽ v areálu vybudovaném v Dobré u Frýdku-Místku. 100% akcionářem VÚHŽ, a.s. jsou TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s.



**Obr. 1** – areál VÚHŽ [1].

Výroba, zejména malosériová, je zaměřena především na export v oblasti hutní výroby a výroby měřicí, regulační a automatizační techniky pro průmysl. Jsou preferovány dodávky na klíč podle konkrétních požadavků zákazníka. Záruční a pozáruční servis je samozřejmou součástí dodávek. Součástí nabídky společnosti je výzkum a vývoj nových materiálů a technologií, akreditované zkušebnictví, poradenství a expertízy.

VÚHŽ, a.s. exportuje přibližně polovinu své výroby do zemí jako Německo, Itálie, Francie, Polsko, Slovensko, Saudská Arábie, Indie, Čína, Rusko, Ukrajina, JAR atd.

## Výrobní program společnosti

- elektromagnetické měřiče hladiny oceli v krystalizátoru kontilití,
- speciální profily pro výrobu závěsů (pantů) automobilů,
- odstředivě lité válce pro potravinářský průmysl, zejména mlecí válce,
- odstředivě lité redukovací válce pro rourovny,
- sběrací kroužky pro větrné elektrárny,
- povlakované nástroje a formy s vysokou životností,
- další speciální zařízení pro hutě, slévárny a strojírný.

## 1.2 Povlakovací centrum VÚHŽ, a.s.

Jako jediná firma ve střední Evropě nabízí všechny tři technologie povlakování:

- CVD,
- PACVD,
- PVD.

### Povlakovací zařízení

CVD povlaky splňují vysoké požadavky na kvalitu, zejména otěruvzdornost a tvrdost.

**Tabulka 1** - Parametry povlakovacích zařízení

Technologie	Maximální hmotnost	Maximální průměr	Maximální výška
CVD	15 kg	220 mm	500 mm
PACVD	1250 kg	700 mm	1100 mm
PVD	1000 kg	650mm	850 mm

Během roku 2012 byla provedena významná investice do povlakovacího zařízení PVD firmy Hauzer – Flexicoat 850. Byla rovněž zakoupena automatická čistící linka firmy NOVATEC, pro dokonalé čištění nástrojů před povlakováním.

Pro zvýšení konkurenceschopnosti na trhu byla v roce 2013 zakoupena další povlakovací zařízení PVD firmy Hauzer – Flexicoat 1200, které dále rozšíří hlavně rozměrové a kapacitní možnosti.

Povlakovací centrum nabízí našim zákazníkům také odstranění všech typů povlaků včetně CVD bez poškození základního materiálu.

Pro zjišťování vlastností povlaků je možno využít akreditované laboratoře VÚHŽ, a.s., kde je možné provádět následující měření:

- tloušťku vrstev,
- adheze vrstev povrchu,
- drsnost,
- tvrdost a mikrotvrdost,
- hodnocení struktury vrstev,
- určení chemického složení povlaků,
- hodnocení geometrie a povrchu nástroje.

Laboratoře a zkušebny VÚHŽ, a.s. úzce spolupracují s Regionálním materiálově technologickým výzkumným centrem. Detašované pracoviště, laboratoř povrchových analýz a koroze provozované v areálu VÚHŽ, a.s., je vybaveno špičkovým zařízením pro povrchovou a profilovou analýzu.

## 2 CHARAKTERISTIKA POVLAKOVACÍCH METOD

Povlakování se stalo nepostradatelnou částí většiny nástrojů. Povlaky zvyšují odolnost vůči opotřebení, snižují koeficient tření mezi nástrojem a obrobkem a také mohou sloužit jako tepelná bariéra, což se projeví na vyšší životnosti nástroje, někdy i možné absenci provozních kapalin díky menšímu vývinu tepla na styčných plochách a menšímu podílu tepla převedeného do nástroje. Povlakování rozšiřuje rozsah použití daného nástroje. Zdokonalením funkčních procesů jsou napovlakované nástroje pro stříhání schopny reagovat na změny obráběného materiálu a požadovaného procesu. Povlakovací materiály přinášejí zdokonalení ve vyšší tvrdosti, chemické inertnosti a nižším koeficientu tření [7]. Pojem povlakování zahrnuje velice širokou škálu metod vytváření vrstev na povrchu výrobků či polotovarů. Obecně zahrnuje nanášení vrstev ze skupenství pevného či kapalného. To jsou právě technologie PVD a CVD. Jejich podstatou je vznik vrstvy kondenzací zvolené plynné látky na povrchu povlakovaného předmětu.

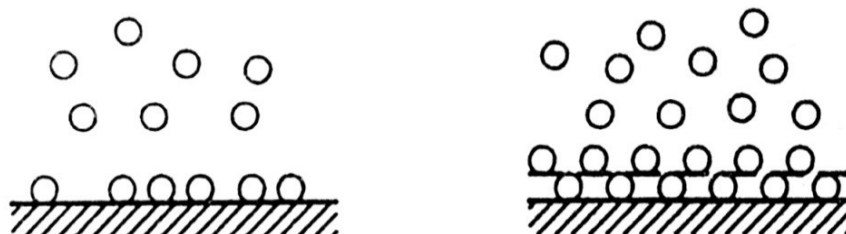
Základní procesy pro nanášení povlaků na řezné materiály jsou:

- CVD ( **chemical vapour deposition**) chemická depozice z plynné fáze
- PACVD (**plasma assisted chemical vapour deposition**) plasmou aktivovaná chemická depozice z plynné fáze
- PVD (**physical vapour deposition**) fyzikální metody depozice

### 2.1 Metoda CVD

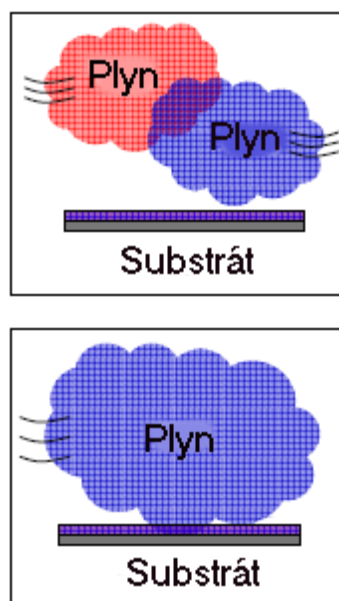
Jedná se o chemický povlakovací proces, při kterém dochází k reakcím chemických sloučenin, které jsou v plynném stavu přiváděny k substrátu. [11]. CVD využívá pro depozici směs chemicky reaktivních plynů (např.  $\text{TiCl}_3$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{AlCl}_3$ , apod.) zahřátou na poměrně vysokou teplotu 950 – 1050 °C. Chemické metody nanášení povlaků vycházejí z principu vzniku chemických sloučenin přiváděných v plynném stavu k povrchu substrátu. Je to soubor chemických reakcí plynné fáze a na rozhraní s pevnou fází za určitého tlaku a současného dodávání energie. Pracovní tlaky v reaktoru se udržují pomocí vývěvy v rozsahu 0,5 - 50 MPa. Rychlost růstu povlaku je úměrná tlaku v reaktoru. Při tom vznikají vedle pevných látek i těkavé produkty, které

je nutné odstraňovat. Významnou úlohu mají absorpční jevy, především chemisorpce. Při chemisorpci dochází k narušení zachytávaných molekul, nebo k jejich disociaci, proto chemisorbované vrstvy tvoří atomy chemicky vázané k povrchu. Chemisorpce nemůže proběhnout v libovolném místě povrchu substrátu, ale jen na určitých místech, nad jedním, nebo dvěma povrchovými atomy [3].



**Obr. 2** – Chemisorbovaná vrstva fyzikálně adsorbovaná vrstva [3].

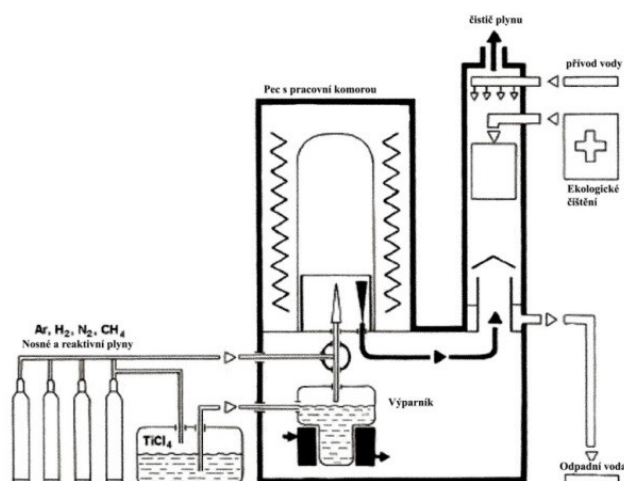
Nukleací a růstem tuhé fáze se připravují povlaky z tvrdých, vysokotavitelných sloučenin, jako jsou např. TiN, TiC, TiCN, TiB<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> atd. Povlaky mají většinou tloušťku 3 až 25 μm [5].



**Obr. 3** – schéma tvorby vrstvy CVD [13].

V případech, kdy je aplikace CVD povlaků z rozměrového hlediska možná, je kvalita povlaků TiCN nanášených touto technologií zcela bezkonkurenční. Zejména v

případech extrémního namáhání nástrojů. Pro další zlepšování kvality těchto povlaků, zejména jejich koeficientu tření, jsou vyvíjeny další varianty těchto povlaků [6].



**Obr. 4** – schéma CVD zařízení [13].

Používají se i multivrstvy, nebo také sendvičové, kdy na povrch nástrojů s povlakem TiCN (CVD) je nanášena kluzná vrstva (např. PVD), která je do krystalové struktury povlaku velmi dobře zakotvena. Výsledkem je několikanásobné zvýšení životnosti nástrojů v těch aplikacích, kde je rozhodující koeficient tření [6]. Zdrojem Ti je kapalný chlorid titaničitý, který je zahříván na teplotu blížíci se jeho bodu varu a následně jsou jeho páry unášeny tzv. nosným plynem  $H_2$  a metanem  $CH_4$  do reaktoru, kde dochází k vylučování vrstvy TiC. Při vylučování TiN je použit obdobně chlorid titaničitý spolu s reakčním plynem dusíkem  $N_2$ . Podobným způsobem dochází k vylučování karbonitridu titanu TiCN.

Mezi **výhody** tohoto procesu patří:

- ✓ vysoká odolnost vůči opotřebení,
- ✓ vysoká teplotní stabilita vytvořených vrstev,
- ✓ vysoká adheze vrstev a odolnost proti opotřebení,
- ✓ rovnoměrná vrstva tvarově složitých součástí,
- ✓ ekonomicky nejvýhodnější pro tvorbu silných vrstev,
- ✓ relativně nízké náklady na zařízení a řízení procesu.



**Nevýhodou je:**

- vysoká teplota při deponování ( $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ ),
- dlouhý pracovní cyklus 8 až 10 hodin,
- tahová pnutí ve vrstvě (rozdílný koeficient tepelné roztažnosti),
- hrany se zaoblují (vrstva až  $25\text{ }\mu\text{m}$ ),
- používání ekologicky nevyhovující pracovní plynné směsi,
- porézní struktura.



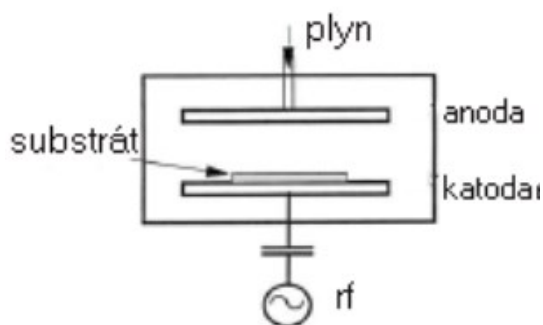
**Obr. 5** – CVD zařízení SURO 83 [1].

Vysoká teplota nanášení, při CVD může negativně ovlivnit vlastnosti podkladového materiálu. Proto se v poslední době zavádí technologické modifikace s nižšími teplotami, jako technologie PACVD.

## **2.2 Metoda PACVD**

Metoda PACVD probíhá při nižších teplotách než u CVD metody. Součásti jsou povlakovány až po konečném zušlechťení na požadovanou tvrdost a v průběhu povlakování nedochází k rozměrovým změnám. Významným kladem této metody je, že lze povlakovat i dutiny.

Při metodě PACVD je zvyšována energie plynné atmosféry v povlakovací komoře pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Chemicky aktivované plazma umožňuje snížit teplotu potřebnou pro depozici vrstev na povrchu substrátu. Plazma lze vytvořit pomocí vnějšího elektrického napájecího zdroje a reaktivním plynem (např.  $\text{NH}_3$ ).



**Obr. 6** – shéma tvorby vrstvy PACVD

Takto energeticky výbojové prostředí je dostačující pro rozklad molekul na elektrony a ionty. Výsledným efektem chemických reakcí mezi těmito reaktivními molekulárními částicemi je, že dochází k chemickým reakcím při mnohem nižších teplotách než u CVD metody. Takže dříve vysokoteplotní reakce mohou úspěšně probíhat i na teplotně citlivých materiálech (substrátech).

Reaktor se skládá ze dvou elektrod, na jedné je upevněný substrát, druhá může být uzemněna. Vysokofrekvenční zdroj vytváří plazma mezi elektrodami, nosný plyn například Ar je přiveden do horní části komory. Atomy argonu jsou excitovány a prochází do dolní části komory, kde se setkávají s atomy reaktivního plynu. Atomy anebo ionty Ar předávají energii reaktivnímu plynu srážkami. V experimentální části byla tato metoda provedena na zařízení firmy Rubig.

V této povlakovací jednotce je povlakovaný materiál pod pulzním napětím max. 700V. Jedná se o pulzní napětí dodávané plazma generátorem s frekvencí 83 kHz a max. výkonem 210 kW. Při povlakování lze regulovat výšku napětí, délku pulzu i mezipulzu. Napětí pulzuje mezi 0 (v období pulzní mezery) a nastavenou hodnotou

napětí 300-500V (při pulzu). Konstrukce zařízení – pulzního generátoru je však taková, že neumožňuje dodávat do povlakovací jednotky napětí „bez energie“.

Zařízení umožňuje dodávat do reakčního prostoru bór, titan, dusík, uhlík, vodík, metan a argon a regulovat dávkování jednotlivých prvků, regulovat pracovní tlak a teplotu v komoře. Minimální pracovní tlak v komoře je 0,2Pa. Regulace parametrů plazmy je samozřejmě také možná a to napětím plazmy, energií plazmy, délkou pulzu 2 - 4000 $\mu$ s a délkou pulzní mezery 8 - 4000 $\mu$ s [1].



**Obr. 7** – Povlakovací zařízení PAVCD firmy RUBIG [1].

Mezi **výhody** tohoto procesu patří:

- ✓ několikanásobné zvýšení životnosti nástrojů,
- ✓ nitridace i povlakování v jednom procesu,
- ✓ nízký koeficient tření,
- ✓ výborné tribologické vlastnosti,
- ✓ žádné rozměrové změny,
- ✓ možnost povlakování složitých tvarů a dutin,
- ✓ povlakování rozměrných a těžkých kusů až do hmotnosti 1 250 kg.

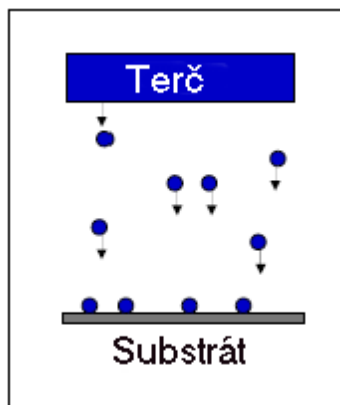
**Nevýhodou je:**

- vysoká povlakovací teplota ( $\sim 520^{\circ}\text{C}$ ),
- omezené množství povlaků,
- větší rozptyl v tloušťkách vrstev v jedné vsázce.

## 2.3 Metoda PVD

Podstatou fyzikální depozice je vypařování materiálu (vytvářejícího vrstvu) ve vakuu nebo rozprašování ve výboji udržovaném za nízkých tlaků. Celý proces depozice může být obecně rozdělen do třech na sebe navazujících kroků [16].:

- převedení materiálu do plynné fáze,
- transport par ze zdroje k substrátu,
- vytváření vrstvy na povrchu substrátu.



**Obr. 8** – schéma tvorby vrstvy PVD [13].

Nanášená vrstva roste kondenzací z plynného skupenství za velmi nízkého tlaku (0,01 až 10 Pa). Látka určená k nanášení (Ti, Al, Si, Cr) se do plynného skupenství převede fyzikálním procesem přímo ve vakuové komoře v průběhu povlakování. Dopad iontů během nanášení výrazně ovlivňuje vlastnosti výsledné vrstvy (např. tvrdost, vnitřní pnutí, adhezi k substrátu) a rovněž dovoluje vznik sloučenin při teplotě podstatně nižší, jež odpovídá rovnovážné chemické reakci. Velkou výhodou nanášení při nízkých teplotách (až  $180^{\circ}\text{C}$ ) je, že nedochází k tepelné přeměně, a tím ke změně vlastností daného substrátu [1].

Podle způsobu uvolňování atomů nanášené látky můžeme rozlišit tři způsoby [3].:

- iontové plátování,
- obloukové napařování,
- magnetronové napařování.

**Iontové plátování** – jedná se o kombinovaný proces aktivovaný plazmou, kde jsou odpařené částice přitahovány k záporně nabitému substrátu, který je „bombardován“ atomy s vyšší energií, dodáním pomocným napětím na substrát.

**Obloukové napařování** – principem je odpaření materiálu z pevného nebo kapalného zásobníku ve vakuu a kondenzaci par na povlakovaném povrchu. Výhodou je vysoká depoziční rychlost avšak na úkor zhoršené kvality povlaku, díky tvorbě makročástic.

**Magnetronové napařování** – princip spočívá v odprašování materiálu z pevného terče kladnými ionty v plazmě a následné kondenzaci takto získaných částic na povrchu materiálu.

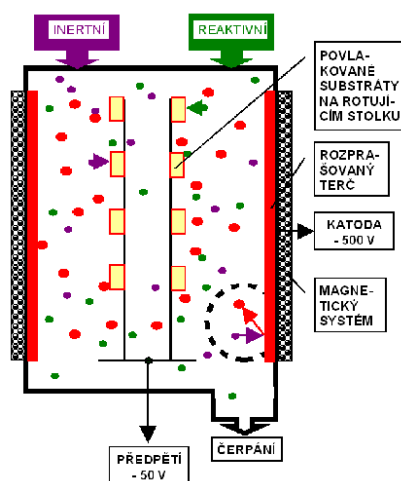
V diplomové práci byla použita metoda magnetronového napařování na přístroji *Flexicoat 850* od firmy Hauzer.



**Obr. 9** – PVD zařízení firmy Hauzer [1].

Magnetronové naprašování je jednou z metod přípravy tenkých vrstev pro průmyslové aplikace. Tato technologie, díky svým vlastnostem, umožňuje nanášení i takových vrstev, které jsou ostatními technologiemi nedosažitelné. Využívá relativně jednoduchého principu, že bombardováním terče energetickými částicemi se materiál terče rozprašuje a tento rozprašený materiál se ukládá na substrát. Nejvíce se tato technologie využívá pro depozice vrstev obsahujících vodivé materiály. Samotný systém pro magnetronové naprašování je složen z vakuové komory, kde je obvyklý pracovní tlak kolem 0,1 až 1 Pa. Uvnitř komory je usazen terč zvoleného složení a umístěn je rotační držák substrátů (nástrojů). Terč samotný je zapojen jako katoda a na něj se přivádí napětí. Do komory se připouští pracovní plyn, nejčastěji argon. Před terčem se po přivedení napětí zapálí v argonu doutnavý výboj (plazma). Argonové ionty bombardují povrch terče, materiál se rozprašuje a je deponován na substrát. Pod materiálem terče je umístěn silný magnet, který je chlazený vodou. Přítomnost magnetického pole zefektivňuje ionizaci argonu v plazmatu a ve svém důsledku zlepšuje rozprašování.

Pokud se do komory přidává spolu s pracovním plynem ještě plyn reaktivní, například kyslík nebo dusík, jedná se pak o reaktivní magnetronové naprašování. Nevýhodou reaktivního magnetronového naprašování je udržení vhodných depozičních podmínek. Výhodou je fakt, že rostoucí povlak si zachovává přesný poměr složek, ze kterých je rozprašován [4].



**Obr. 10** - schéma magnetotronového naprašování [4].

## Uspořádání povlakovacích komor

Vnitřní uspořádání povlakovací komory, která využívá rotující válcové elektrody, je v několika provedeních. Elektrody mohou být v zařízení umístěny ve středu komory, centrálně k povlakovaným nástrojům, nebo vně nástrojů – ve dveřích povlakovací komory [11].

V různých pozicích se navíc může měnit i počet terčů. Pro přípravu složitějších povlaků není výjimkou použití dvou, čtyř i více různých terčů, mnohdy s odlišnou funkcí. Již užití dvou elektrod má zásadní význam. Různými hodnotami proudů na elektrody a jejich poměrů lze měnit stechiometrii, rychlost růstu a částečně i drsnost vrstev bez fyzické výměny materiálu elektrod [8].

Rotace nástrojů vykonávajících planetový pohyb je rovněž velmi důležitým parametrem, ovlivňujícím kvalitu nanášení. Synchronizací rychlosti rotace ve vztahu k proudům na elektrody lze dosáhnout z hlediska tvrdosti optimalizované tloušťky cca 5 - 7 nm. Jsou složeny z desítek mono, multi a gradientních vrstev různých parametrů sladěných podle nároků předpokládané aplikace. Pro tak přesné řízení depozice je nezbytné používat počítačem řízené systémy.

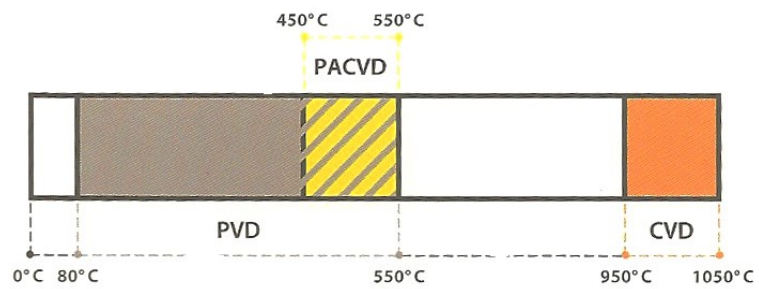
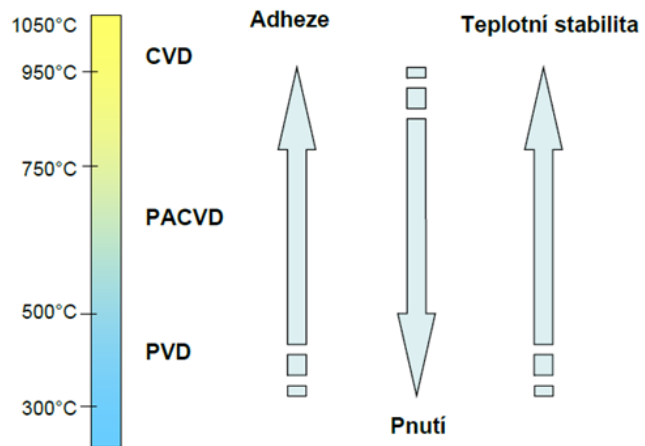
Mezi **výhody** tohoto procesu patří:

- ✓ nízká teplota při vytváření vrstev (od 180 – 500°C),
- ✓ malá, přesně opakovatelná tloušťka vrstvy (vysoká obrysová věrnost)
- ✓ vysoká odolnost proti opotřebení
- ✓ nízké hodnoty součinitele tření
- ✓ neobsahuje látky a emise zatěžujících životní prostředí
- ✓ vysoká čistota procesu

**Nevýhodou** je:

- otvory lze povlakovat jen do hloubky odpovídající průměru
- podmíněná odolnost proti korozi
- pro dosažení stejnoměrné tloušťky vrstvy, musí díly v procesu stejnoměrně rotovat

## Depoziční procesy Vlastnosti vrstvy



**Obr. 11** – povlakovací teploty a jejich vliv na vlastnosti [1].



### 3 DRUHY POVLAKU A JEJICH POUŽITÍ

V současnosti je používání tenkých vrstev pro střížné, tvářecí, řezné, a jiné nástroje, samozřejmostí. Dnes je v nabídce široké spektrum vrstev, které se s vývojem nových technologií a požadavků trhu stále rozšiřuje. Použití a způsob opotřebení nástroje zásadním způsobem ovlivňují volbu povlaku s ohledem na jeho fyzikální a chemické vlastnosti. Dobře zvolena a použitá vrstva výrazně zvyšuje užité vlastnosti nástroje. Mezi základní fyzikální vlastnosti vrstev patří tvrdost, tloušťka, drsnost, adheze a kluzné vlastnosti. Nejdůležitějšími chemickými vlastnostmi jsou odolnost vůči oxidaci, chemická a tepelná stabilita.

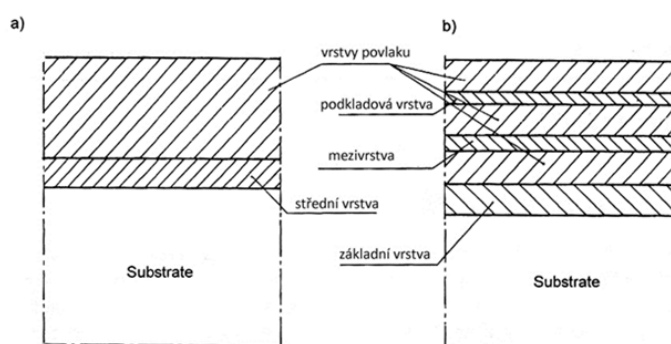
Povlaky lze rozdělit na základě chemického složení a fyzikálních vlastností. Povlaky mohou být vytvořeny na bázi Ti, Cr, Al, Si, Zr, B, C a jiných prvků, kdy každý prvek a jejich různý poměr změní vlastnosti povlaku.

Díky podmiňujícímu vztahu mezi užitnými vlastnostmi a fyzikálně-chemickými vlastnostmi vrstev, je možno pro různé skupiny vrstev nalézt typické oblasti aplikací. Nelze zjednodušeně srovnávat aplikační oblasti a vlastnosti, např. vrstev TiN, TiCN, nebo TiAlN. Každá z těchto vrstev může být vytvořena několika technologiemi, s odlišnými fyzikálními principy, a v rámci každé technologie může být mnoho rozdílů v závislosti na konstrukčním řešení povlakovacího zařízení nebo na nastavených parametrech povlakovacích procesů. To vše ovlivňuje celkovou kvalitu vrstev, jako je adheze k substrátu, tvrdost, drsnost, tepelná odolnost [18].

Deponované tenké vrstvy je třeba chápat jako systém proto, že vrstva pro svoji tloušťku dosahuje společně se substrátem specifických vlastností a chování. Samotné tenké vrstvy mají na rozdíl od objemových materiálů rozdílné vlastnosti a to nejen z důvodů svojí tloušťky, ale i následkem depozičních procesů. Stále se zvyšující požadavky praxe podmiňují vývoj nových typů, resp. možnost jejich kombinace a uspořádání. Jedná se o monovrstvy, multivrstvy, nebo také sendvičové vrstvy.

## Multivrstvy

Multivrstvy jsou vytvořeny pravidelným střídáním několik typů vrstev s rozdílnými vlastnostmi. Vlastnosti jsou odlišné od vlastností monovrstev stejného průměrného složení. Tvrdost a houževnatost závisí na tloušťce jednotlivých vrstev, poměru jejich složek, na typu kombinovaných materiálů a nelze je popsat jednoduchým směšovacím pravidlem. Každé rozhraní jednotlivých vrstev funguje jako bariera proti šíření trhlin, takže se zvýší odolnost proti šíření trhlin. Drsnost povrchu je výrazně nižší než u monovrstev vrstev, což příznivě působí na snižování tření, čímž se také snižuje množství vzniklého tepla. Multivrstvy mají i vyšší odolnost proti chemickým reakcím a vyšší trvanlivost.



**Obr. 12** a) jednovrstvý povlak; b) multivrstvy [19].

Cílem je popsat jen ty povlaky, které budou v experimentální části použity, nebo jako kombinace těchto typů povlaků.

**TiN** – povlak nitridu titanu byl používán již od 50- let minulého století, a ještě dnes jde o osvědčenou a všestranně použitelnou standardní vrstvu. Chrání účinně proti abrazivnímu a adheznímu opotřebení.

**TiCN** – povlak je tvrdší a má nižší koeficient tření než TiN, nicméně nedokáže jej nahradit ve všech aplikacích. Jeho doporučené využití je pouze pro lisování, obrábění s chlazením a tam, kde pracovní teplota není vyšší, než 400°C [9].

**TiB<sub>2</sub>** – povlak speciálně vyvinutý pro tlakové lití barevných kovů jako hliníku a hliníkových a neželezných slitin. S nízkou afinitou k hliníku je TiB<sub>2</sub> velmi odolný proti

nalepování tohoto kovu. Extrémně hladký povrch snižuje tření na čele. Vysoká tvrdost rovněž zaručuje vysokou odolnost proti opotřebení [1].

**DLC** - je vhodný pro nejvyšší namáhání z hlediska opotřebení, i při zpracování za sucha. Je vhodný pro aplikace s vysokými nároky na dobré kluzné charakteristiky, při vysoké abrazivní odolnosti. Jsou eliminovány ztráty třením. Detailnější popis je v kapitole 3.4.

**Tabulka 2** – povlaky používané ve firmě VÚHŽ, a.s. [1].

Povlak	Typ	Technologie povlakování	Mikrotvrdost	Tloušťka	Koef. tření	Povlakovací teplota	Pracovní teplota
			HV 0,025	μm			
Basiccomp	TiN	PVD	2500	1 - 6	0,7	150-600	600
Standardcomp	TiCN	PVD	3000	1 - 4	0,4	do 600	600
Alucomp	AlTiN	PVD	2500-3500	1 - 6	0,4	do 600	900
Speedcomp	TiAlN	PVD	2500-3500	1 - 8	0,4	do 600	800
Presscomp	CrN	PVD	1500-2500	1 - 10	0,4	150-450	700
Multicomp	TiN/TiAlN	PVD	2500-3500	2 - 6	0,4	do 600	800
Hotcomp	TiSiN	PVD	3500	1 - 6	0,5	do 600	1500
Unicomp	AlCrN	PVD	3000	1 - 6	0,35	do 600	1100
DLC Hardcomp	Ta-C	PVD	4000-7000	1 - 3	0,05	80-200	300
DLC Comp	a-C:H	PVD/PACVD	2000-4000	1 - 3	0,05	160-300	350
DLC Sillcomp	Si-DLC	PVD/PACVD	1500-2500	1 - 5	0,02	160-300	450
Nanocomp Ultra	TiBC	PACVD	3200-4400	1 - 3	0,4	520	750
Goldcomp	TiCN	PACVD	3000	2 - 3	0,3	520	500
Nanocomp	TiB <sub>2</sub>	PACVD	2500-3200	2 - 3	0,4	520	800
Borcomp	TiBN	PACVD	3500	4	0,5	do 600	800
CVD Hard	TiCN	CVD	4500	1 - 10	0,5	1000	600

### 3.1 Povlaky pro řezné a střížné nástroje

Povlaky na řezných a střížných nástrojích mají vyšší tvrdost než samotný řezný materiál, proto snižují řezné síly, teploty a koeficient tření a snižují opotřebení.

Mezi vhodné povlaky patří:

- Basiccomp,
- Standardcomp,
- Alucomp,
- Speedcomp,
- Hotcomp.

Pro praktické využití je tloušťka povlaku v rozsahu 1 až 10  $\mu\text{m}$ . Z pohledu geometrie řezných nástrojů není silnější vrstva žádoucí. Dochází tak k zaoblení řezných břitů a k nárůstu řezných sil, které mohou způsobit snížení životnosti nástroje či zhoršení kvality obráběného povrchu. Dalším důvodem omezení tloušťky vrstev je vnitřní tahové pnutí.

Povlakované nástroje pro třískové obrábění lze používat s podstatně vyššími řeznými rychlostmi, čímž se zkracují hlavní časy na opracování, delší životnosti nástrojů nám snižují celkové náklady.

Zpracování tvrdých materiálů - tvrdé povlaky odolné proti opotřebení umožňují zpracovávat materiály do tvrdosti 63 HRC. Nástroje s definovaným ostřím umožňují opracování tvrdých materiálů, kde již není třeba obrobky dodatečně brousit.

### **3.2 Poblaky pro tváření**

Poblaky na nástroje pro tváření a lisování jsou nanášeny za stejným účelem jako u nástrojů pro třískové obrábění, a to pro zvýšení životnosti a snížení výrobních nákladů. Poblaky použité pro tvářecí nástroje se odlišují zejména svou tloušťkou až do 10  $\mu\text{m}$ .

Mezi vhodné poblaky patří:

- CVD Hard,
- Borcomp,
- Goldcomp,
- Nanocomp ultra,
- Presscomp.

Z hlediska mechanických hodnot pro povlakování používaných materiálů jsou to hodnoty extrémně vysoké. Například mez kluzu běžných HSS materiálů je okolo 3 GPa (ČSN 19 830), mez kluzu tvrdokovu řady K kolem 5 GPa. Při větších tloušťkách vrstev tak dochází k nárůstu mechanického namáhání nejenom podkladového materiálu, ale zároveň je namáháno i rozhraní mezi povlakem a substrátem [17].

### **3.3 Povlaky pro tlakové lití barevných kovů**

Povlakování forem určených pro tlakové lití barevných kovů jako lití hliníku, mosazi, mědi, hořčíku, bronzu přináší mnoho předností a výhod, kterých by nebylo možno žádnou jinou technologií dosáhnout. Mezi hlavní výhody patří delší životnost forem, eliminace nalepování barevných kovů na formy, prodloužení intervalu mezi čištěním forem, zvýšení odolnosti proti tepelné únavě a proti vzniku kavit, indikátor opotřebení - změna barvy na povlakovaných plochách umožňuje včas rozpoznat opotřebení a opravit drahé tvářecí nástroje.

Mezi vhodné povlaky patří:

- Nanocomp,
- Borcomp,
- Unicomp.

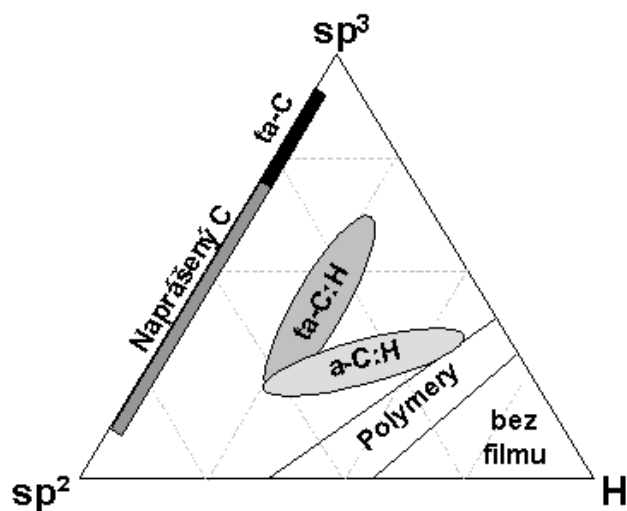
Díky nižším koeficientům tření jsou pohyblivé prvky formy jako vyhazovače, smýkadla, jádra, chráněny účinně proti zadření [1].

### **3.4 Kluzné vrstvy DLC**

Kluzné vrstvy mají nižší tvrdost než běžné otěruvzdorné vrstvy. Jejich hlavním úkolem je vytváření kluzného povrchu. Do této skupiny patří vrstvy, které se aplikují jen v kombinaci s tvrdými vrstvami na bázi TiN, TiAlN či TiCN a vrstvy DLC, které vhodně kombinují vynikající kluzné vlastnosti s dobrou tvrdostí. Mají společný nízký koeficient tření a sníženou tepelnou odolnost a tvrdost [9].

Tenké vrstvy DLC jsou tvořené amorfnní strukturou, složenou hlavně z grafitického uhlíku, diamantového uhlíku a vodíku v různých poměrech, v závislosti na daném

procesu. Na Obr. 13 je termální fázový diagram vrstev DLC, který znázorňuje široké spektrum složení povlaků DLC, v rozdělení podle obsahu vodíku **H** a podle vazby uhlíkových atomů. Bod **sp<sup>2</sup>** odpovídá grafitovému typu vazby atomů a bod **sp<sup>3</sup>** pak odpovídá diamantovému typu vazby atomů [28].



**Obr. 13** - Termální fázový diagram DLC povlaku [28].

Amorfní uhlíková tenká vrstva je tvořena nanokompozitem grafitu, diamantu a uhlovodíkových polymerů. Na základě nastavení různých poměrů se mohou modifikovat mechanické a chemické vlastnosti těchto tenkých vrstev a může se dosahovat širokých hodnot Youngova modulu, tvrdosti, lomové houževnatosti, součinitele tření, chemické reaktivnosti, atd.

Snahou mé diplomové práce, je vytvořit vhodnou kombinací tvrdé a měkké složky optimální abrazivně odolnou vrstvu s nízkým koeficientem tření. K hlavní skupině DLC povlaků patří [28] :

- Hydrogenované povlaky DLC (a-C:H) získávají se použitím nosiče C a H, jako je metan nebo acetylen, a jejich rozkladem v plazmě.
- Bezvodíkové povlaky DLC (ta-C a a-C) se získávají použitím grafitového terče.

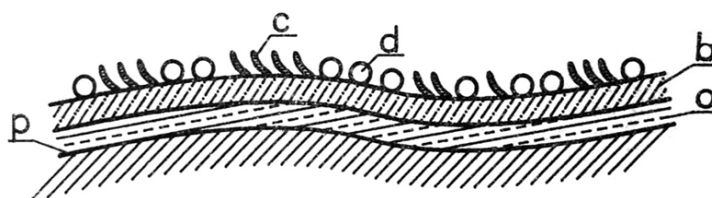
## 4 PŘÍPRAVA POVRCHU PŘED DEPOZICÍ

Tenké vrstvy nacházejí uplatnění v celé řadě průmyslových odvětví. Jejich aplikace je v každém odvětví předurčena konkrétními vlastnostmi používané vrstvy.

Bez ohledu na tyto konkrétní požadavky je u systému tenka vrstva-substrát v každé výše zmíněné aplikaci požadovaná dokonalá soudržnost celého systému. Jedním ze znaků soudržnosti systému je dobrá adheze – přilnavost tenké vrstvy k substrátu. A právě adheze je významně ovlivněna přípravou substrátu před depozicí. Neklamným projevem nedůsledně provedené předdepoziciční úpravy povrchu substrátu je špatné adhezní spojení tenké vrstvy a následné selhání celého systému.

Polykrystalický materiál je vždy heterogenní, kdy ve styku s atmosférou se rychle pokrývá adsorbovanými vrstvami molekul atomů. Adsorpce je dále zhoršována přítomností nečistot na substrátu.

Získání kovového povrchu o vysoké čistotě je velmi obtížné, a to z důvodu vysoké reaktivity povrchových atomů, které se snaží slučovat se vším, co je v jejich bezprostřední blízkosti, za vzniku oxidických filmů [3].



**Obr. 14** – povrchové vrstvy na leštěném povrchu [3].

p	povrch kovu	
a	směs kovu, oxidů a leštící pasty	100 nm
b	oxidická vrstva	10 - 100 nm
c	adsorbované tuky	2 - 5 nm
d	adsorbovaný kyslík	1 nm

Nečistoty, které mohou ulpět na kovovém povrchu lze rozdělit do dvou skupin:

**Ulpělé nečistoty** – jsou vázány k povrchu pouze adhezivními silami, jedná se o zbytky mastných látek, kovové nečistoty, zbytky brusiv a leštících prostředků. Tyto nečistoty se odstraňují chemickým procesem – odmašťováním.

**Vlastní nečistoty** – jsou vázány k povrchu a jsou to korozní zplodiny. Je důležité tyto nečistoty odstranit před depozicí vrstev, a odstraňujeme je mechanicky (kartáčování, omílání, otryskávání) nebo chemicky.

Jako materiály pro povlakované řezné nástroje se dnes hlavně používají rychlořezné oceli a slinuté karbidy. Zvláště u slinutých karbidů je třeba v přípravě na depozici věnovat zvýšenou pozornost odstraňování z důvodu vysoké křehkosti materiálu a náchylnosti ostrých hran k odštípnutí. U těchto nástrojů ze slinutého karbidu se provádí úprava řezných hran některým ze dvou způsobů - otryskávání, kartáčování.

Po takovéto úpravě povrchu následuje chemické čištění v ultrazvukové lázni a osušení nástroje. Nakonec se nástroje upevňují do držáků, které se pak vloží do depoziční komory. V depoziční komoře následuje poslední etapa čištění substrátu – iontové čištění, na které bezprostředně navazuje depozice tenké vrstvy.

## **4.1 Mechanické úpravy povrchu**

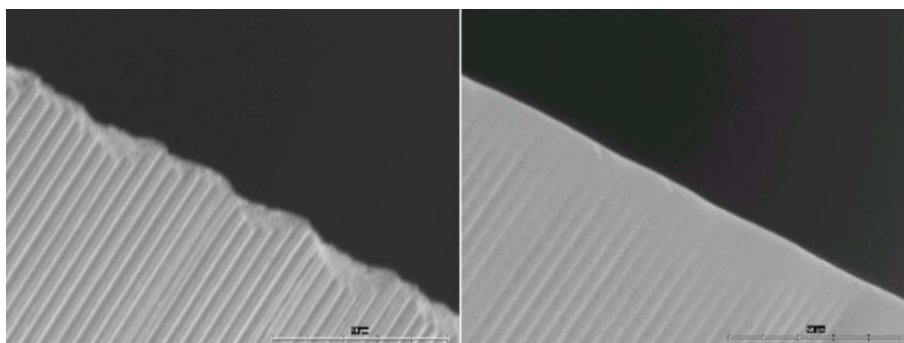
Depozice vrstev se provádí jako finální operace na hotovém (tepelně zpracovaném) substrátu. Pro dobré adhezní vlastnosti musí být povrch substrátu před depozicí kovově čistý. Před samotnou depozicí je nutné očistit povrch od organických a anorganických nečistot. Při použití chemického čištění je nutné u všech technologií depozice mechanicky očistit povrch od makronečistot.

### **4.1.1 Úprava řezných hran**

Hrany nástrojů ze slinutého karbidu jsou po broušení otřepené a plné defektů. Tyto plochy jsou velmi náchylné na porušení tenké vrstvy po jejich napovlakování. Na ostrých hranách dochází nejdříve k adhezivně-kohezivnímu porušení tenké vrstvy při



řezném procesu. Ostré hrany mohou být často koncentrátorem napětí a způsobit porušení tenké vrstvy ještě před nasazením nástroje při obrábění z důvodu zbytkových pnutí v tenké vrstvě [13].



**Obr. 15-** řezná hrana ze SK před a po úpravě [13].

Hrany nástrojů se po nabroušení speciálně **omílají, kartáčují, nebo otryskávají**. Při těchto způsobech povrchové úpravy dochází ke změnám mikrogeometrie nástroje max. v řadech mikrometrů (obvykle cca do 10  $\mu\text{m}$ ) a může být dosaženo zvýšení životnosti nástroje až 200%, oproti nástroji s neupravenou řeznou hranou [13].

#### **4.1.2 Otryskávání**

Na výslednou geometrii otryskaného povrchu má vliv tvrdost, druh materiálu, zrnitost a hmotnost zrna tryskacího prostředku. Na kvalitu opracované plochy má vliv především rychlost letu zrna, úhel dopadu a jakost média – především jeho tvrdost. Působení částic na povrch je doprovázeno plastickou deformací povrchové vrstvy materiálu a současně dochází k lokálnímu zvýšení napětí. Tenká vrstva na povrchu má vysoké tlakové napětí, které je v rovnováze s vnitřním tahovým napětím. Důsledkem zpevnění materiálu je tedy vznik plastického toku v povrchové vrstvě materiálu. Intenzita čištění povrchu při otryskávání je závislá na tvaru zrn, druhu otryskávacího materiálu, jejich kinetické energii (hmotě a dopadové rychlosti) na úhlu dopadu a vzdálenosti tryskáče od předmětu. Charakter otryskaného povrchu je dán tvarem zrn otryskávacího materiálu. Otryskávání se provádí proudem vzduchu, kterým je unášeno jemné abrazivo.

Dopadem částic rychlosti okolo  $700 \text{ km.h}^{-1}$  dochází k abrazivnímu opotřebení, jehož rozsah závisí na mnoha faktorech - rychlost a uhel dopadu částic, jejich hmotnost, tvar. Jako abraziva se používají [2]:

- přírodní oxidy - hlavně minerální abraziva,
- kovová abraziva,
- struska,
- syntetická abraziva - abraziva na bázi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{SiC}$ ,
- diamantový prášek.

## 4.2 Chemické úpravy povrchu

Způsob úpravy povrchu, při kterém chemická činidla reagují s nečistotami na povrchu materiálu. Jedná se především v našem případě o odmašťování.

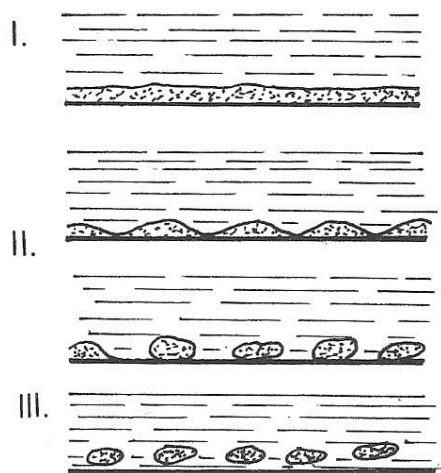
### 4.2.1 Odmašťování

Odmašťování je souhrnný název pro odstraňování mastnot všeho druhu a ulpělých nečistot z povrchu kovu, které jsou k povrchu vázány buď fyzikální adsorpcí, např. látky tukového charakteru, nebo adhezními silami jako nečistoty, prach, saze a pod [3]. Úkolem odmašťovadel je uvolnit tyto nečistoty z povrchu materiálu a převést je do roztoku nebo emulze a zabránit jejich zpětnému vyloučení na povrch materiálu.

**Odmašťování v organických rozpouštědlech** – jde o nejjednodušší způsob odmašťování, kdy se mastnoty rozpustí a zároveň se uvolní i ostatní ulpělé nečistoty. Výhodou je jednoduchost procesu a vysoká čistící účinnost. Nevýhodou je, že organická rozpouštědla nelze použít na vlhké povrchy, nelze odstranit nečistoty soli, pot, otisky prstů, nutnost regenerace destilací a nevyhovují požadavkům bezpečné a zdravotně nezávadné práce. Používá se petrolej, benzin, benzen, toluen, trichlóretylén a další [3].

**Odmašťování v alkalických roztocích** – jedná se o nejrozšířenější způsob odmašťování. Mastné kyseliny se neutralizují a přejdou do roztoku jako rozpustná mýdla. Účinnost spočívá hlavně v koloidně chemických pochodech, tj. v emulgaci

a dispergaci nečistot nejrůznějšího druhu (Obr. 16), ve zmýdelnění některých mastnot a v zabránění jejich zpětnému ulpění na kovovém povrchu. Alkalickými odmašťovači lze rozpustit i anorganické soli rozpustné ve vodě. Alkalické roztoky obsahují louh nebo sodu, fosforečnany, křemičitany, uhličitan, povrchově aktivní látky (tenzidy) a emulgátory [3].



**Obr. 16** - Schéma emulgace mastnoty na povrchu kovu [2].

### Legenda

- I. souvislá vrstva mastnoty na povrchu kovu
- II. postupné rozrušování souvislé vrstvy mastnoty
- III. emulgace a disperze mastnoty, odmašťovací roztok vytlačuje částice mastnoty

Pro průmyslová zařízení se používají automatické mycí linky s několika samostatnými mycími a oplachovacími vanami. Systémy s automatickou výměnou jednotlivých technologických lázní. Tyto stroje jsou zcela vyrobeny z nerezové oceli AISI 316.

Standardní výbava zařízení:

- elektrické ohřívače,
- gravitační odlučovač vody pro lepší oddělení rozpouštědla a vody,
- kontrolní a bezpečnostní zařízení,
- automatický systém podávání košů .



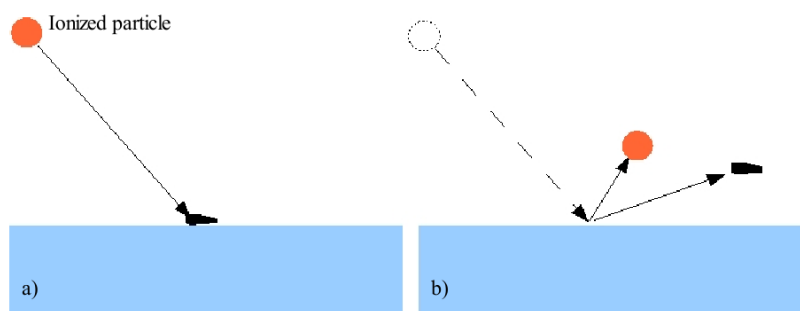
**Obr. 17** – čisticí linka firmy Novatec [1].

Čištění probíhá v alkalickém prostředí - nejběžnější je čištění v roztocích obsahujících KOH či NaOH. Pro zvýšení odmašťovacího účinku mohou být kombinovány s přísadami tenzidů. V některých případech čisticí linky kombinují v oddělených nádobách zásadité a kyselé prostředí, čímž se může dosahovat zvýšeného čisticího účinku. Po provedeném čištění následují oplachy, které však musí nejen odstraňovat zbytky čisticích lázní, ale i chránit očištěný povrch proti korozi pasivátorem. Pasivátory se kombinují s lázněmi, u nichž je naprosto nezbytné minimalizovat obsahy solí a jiných rozpuštěných látek ve vodě. Demineralizovaná voda je voda velmi vysoké čistoty, zbavená všech iontově rozpustných látek a křemíku ve formě  $\text{SiO}_2$ . Tato voda se připravuje ze surové povrchové vody, kterou je nutné upravit demineralizací – zbavení se veškerých kationtů a aniontů silných kyselin ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3\ldots$ ) včetně slabých kyselin ( $\text{SiO}_2$  a  $\text{CO}_2$ ). Kvalita demineralizované vody se tedy udává zejména hodnotou měrné elektrické vodivosti, ta by měla být nižší než  $0,1\mu\text{S}/\text{cm}$ , a koncentrací oxidu křemíku [14].

### 4.3 Iontové čištění

Princip iontového čištění spočívá v přivedení záporného předpětí na substrát a dopad takto urychlených iontů na povrch substrátu. Ionty při dopadu na substrát vyvrážejí mikronečistoty, které ulpěly na povrchu. Iontový bombard má většinou dvě fáze. V první fázi (čištění doutnavým výbojem) dochází k ionizaci atomů plynu, který

je vpuštěn do komory. Takovým plynem je například argon. Ionizované atomy plynu jsou záporným předpětím substrátu urychlovány a dopadají na substrát, ze kterého vyraží atomy nečistot. Druhá fáze (čištění nízkonapěťovým elektrickým obloukem) pokračuje vypuštěním komory a přiložením nízkonapěťového zdroje elektrického oblouku na depoziční katody. Na katodě se vytvoří katodová skvrna, která je pak zdrojem iontů, které jsou opět záporným předpětím urychlovány na substrát. Dopadem těchto iontů je substrát dočištěn [13].



**Obr. 18** – Iontové čištění [13].

#### 4.4 Odpovlakování – stripping

Stripping slouží k odstranění povlaku z nástroje buď z důvodu renovace nástroje před jeho novým napovlakováním, nebo že dojde z důvodu nízké adheze, k porušení povlaku a proces povlakování zopakovat. Proces odstranění povlaku je obtížný a časově náročný. Dalším z důležitých faktorů proč odstraňovat povlaky z nástrojů je vznik vnitřního napětí v povlaku. Podle druhu nástroje a typu povlaku je možné napovlakovat nástroj bez předchozího odstranění starého povlaku. Tak jak se zvětšuje tloušťka vrstvy, tak se i zvyšuje vnitřní napětí v nástroji a povlaku. To vede k nižší životnosti nástroje v porovnání se životností nástroje, jenž byl napovlakován poprvé. Následkem přítomnosti starých povlaků na nástroji je i zhoršená adheze nově naneseného povlaku, který za pomoci vnitřního napětí ve starém povlaku může odpadat od povrchu nástroje.

## 5 MĚŘENÍ VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEV

Používání střížných nástrojů a následně jejich opotřebení zásadním způsobem ovlivňuje volbu vhodného povlaku s ohledem na jeho fyzikální a chemické vlastnosti vrstvy na konečné vlastnosti vytvořeného systému. Použití vhodného druhu povlaku výrazně zvyšuje užité vlastnosti nástroje. Analýza vlastností tenkých vrstev je spojena s celou řadou potřebných zkoušek. Vlastnosti vytvořených vrstev je nutné porovnávat s parametry depozice a mikrostrukturou vytvořené vrstvy. Dnešní moderní diagnostické prostředky a metody nám umožňují velmi přesně vyhodnocovat vlastnosti základních mechanických a chemických vlastností vrstev.

Mezi základní fyzikální vlastnosti vrstev patří tvrdost, tloušťka vrstvy, drsnost, adheze a kluzné vlastnosti. Nejdůležitějšími chemickými vlastnostmi jsou odolnost vůči oxidaci, chemická a tepelná stabilita.

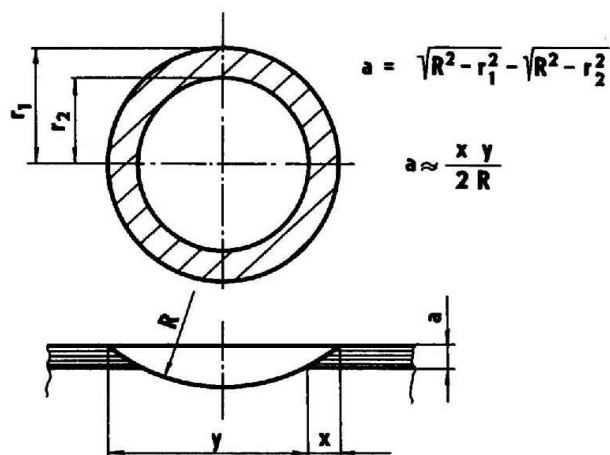
### 5.1 Tloušťka vrstvy

Tloušťka povlaku je jednou z nejdůležitějších charakteristik. Ta může v konečném důsledku ovlivňovat jak trvanlivost nástroje, tak i řezné síly během stříhání. V dnešní době ještě neexistuje pro vyhodnocení přesná, a zároveň nedestruktivní metoda. Používají se dvě metody měření tloušťky vrstvy:

- kráterová brousící metoda Kalotest dle ČSN EN 1071-2
- Rastrovací elektronový mikroskop.

#### 5.1.1 Metoda KALOTEST

Princip této metody spočívá v tom, že otáčející se ocelová kulička o průměru 25 mm potřená brusnou diamantovou pastou do vzorku vybrousí kulový vrchlík, který se na průmětu jeví jako mezikružší. Mikroskopickým proměřením průmětu důlku se získají příslušné rozměry umožňující vypočítat tloušťku měřené vrstvy.

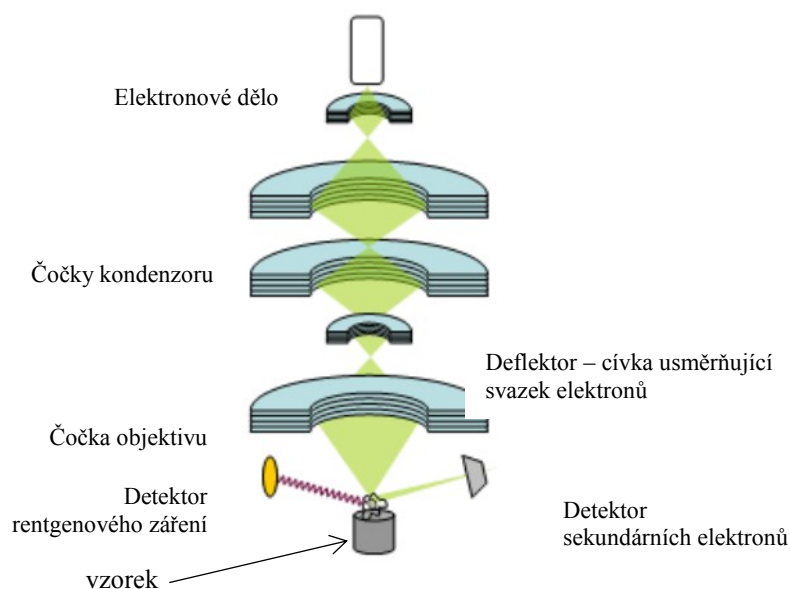


**Obr. 19** – Stanovení tloušťky metodou Kalotest [20].

Oblast použití je široká od 1 - 100  $\mu\text{m}$  s přesností 2 - 4 %. Mikrostrukturní vyhodnocování kaloty vyžaduje max. drsnost povrchu povlaku  $R_a = 0,4 \mu\text{m}$  nebo záměrné vyleštění vhodné plošky na substrátu před depozicí. Tuto metodu lze použít i pro měření tloušťek jednotlivých složek sendvičových vrstevnatých struktur [20].

### 5.1.2 Rastrovací elektronový mikroskop Quanta 450 FEG

Quanta 450 FEG se vyznačuje předem seřízenou elektronově optickou kolonou optimalizovanou pro vysoké rozlišení a stabilitu svazku. Skenující (rastrovací, řádkovací) elektronový mikroskop (SEM) využívá úzkého, pohyblivého svazku elektronů, který je pomocí elektromagnetického vinutí zaostřený na vzorek a postupně bod po bodu skenuje jeho povrch. Elektrony u SEM vzorkem neprocházejí, ale interagují s povrchem vzorku (pokrytým tenkou vrstvou těžkého kovu) a vytváří detekovatelné signály (odražené elektrony, sekundární vyražené elektrony apod.), z nichž je sestavován obraz. SEM pracuje s vysokým vakuem, aby se zabránilo vlivu atmosféry na primární a sekundární elektrony. SEM poskytuje 3D obrazy povrchových detailů vzorku s vysokou hloubkou ostrosti. Dosahuje maximálního rozlišení 1 nm [1].



**Obr. 20** – Schéma SEM mikroskopu [1].

Systém komplexně řeší získané detailní informace o orientaci jednotlivých zrn v povrchové vrstvě studovaných materiálů. Obsáhlý analytický software umožňuje provádět kvalitativní a kvantitativní analýzu, plošnou analýzu, mapování, fázové mapování (Phase Map) snímání dat podle vybrané linie, nalezení částic a inkluzí a jejich klasifikace na základě chemického složení (částicovou analýzu) a morfologie (morfologická analýza obrazu), možnosti tvorby map, grafů a diagramů, 3D snímání, měření tvrdosti, software rovněž umožňuje automatický sběr dat a jejich zachování a přenos.

## 5.2 Mikrotvrдость a nanotvrдость

Je pro tenké vrstvy označována jako odolnost povrchových oblastí materiálu proti porušení cizím tělesem. Právě proto je vysoká tvrdost základním parametrem otěruvzdorných vrstev nástrojů. Název mikrotvrдость se ustálil pro tvrdost určenou použitím zcela malých zatížení tak, aby vznikly vtisky nepatrné velikosti. Často se uvádí 19,8N jako hranice mezi makro a mikrotvrđostí. Hodnoty mikrotvrđosti jsou vždy vyšší než makrotvrđosti. Je to způsobeno zmenšením vtisku po odlehčení o elastickou deformaci, jejíž podíl se na celkové velikosti vtisku zvětšuje s klesající



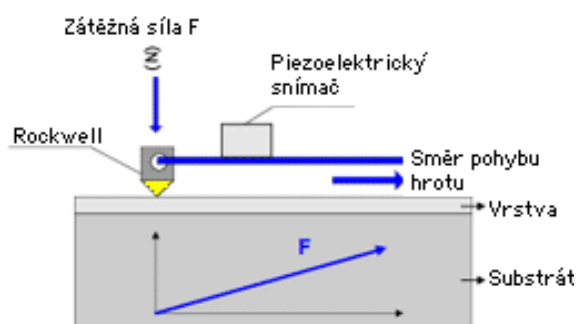
velikosti vtisku [25]. Mikrotvrdotost nelze určovat obvyklými tvrdoměry, neboť vyžaduje nesrovnatelně větší přesnost jak při zatěžování, tak i při proměřování vtisku. Běžná tloušťka vrstev je pouze několik mikrometrů. Při měření tvrdosti je třeba zajistit, aby měřicí hrot (metoda podle Vickerse) pronikl maximálně do 1/10 tloušťky vrstvy. Velikost zátěže při měření tvrdosti vrstev se proto volí v řádu desítek mN. Hloubka vtisku je při takové zátěži pod 0,5  $\mu\text{m}$ . Tím se zabezpečí, že měření tvrdosti vrstvy není ovlivněno vlastnostmi podkladového materiálu. Vzniklé stopy je velmi obtížné vyhodnocovat mikroskopem. Proto se využívají speciální přístroje – mikrotvrdoměry, které souběžně se zatěžováním hrotu měří hloubku jeho pronikání do vrstvy s přesností na jednotky nm. Tvrdosti vrstev se udávají v GPa [22].

### 5.3 Adheze

Jedná se vyhodnocování přilnavosti vrstvy k substrátu. Jsou používány zpravidla dvě metody:

- vrypová zkouška,
- vnikající metoda.

**5.3.1 Scratch test** – je vrypová zkouška, při které se využívá principu postupně se zvyšující zátěžné síly na diamantový Rockwellův hrot při současném posouvání špičky hrotu po měřené vrstvě. S ohledem na běžné velikosti přilnavosti se prakticky používá zátěžná síla v rozsahu 20 - 120N.



**Obr. 21-** princip Scratch testeru [23].

Při dosažení maximální zátěžové síly dojde k odtržení povlaku od substrátu a zároveň ke zvýšení zvukové emise, která odpovídá určité hodnotě v N. Tato kritická

hodnota, při které dochází k odtržení vrstvy, se označuje jako adheze vrstvy. Navíc je také možné zkontrolovat tvar vrypu pomocí optického mikroskopu. Na vzniklé dráze se určí místo, kde došlo k odtržení vrstvy a odečte se přesná hodnota kritické zátěže. Hodnota adheze větší než 60 N zajišťuje, že při běžných aplikacích nedojde ke stržení či odloupení vrstvy. Adheze povlaku závisí mimo jiné i na jeho celkové tloušťce a podkladovém materiálu [23].

### **5.3.2 Vnikací zkouška**

Tato zkouška patří mezi velmi rozšířené metody sloužící ke zjišťování adheze povlaku na základě sledování rozvoje a charakteru trhlin. Vyhodnocení vtisku se provádí přiřazením adhezních čísel (obr. 69), které charakterizují stupeň popraskání či odloupení vrstvy [6]. Dané kategorie (K1 až K6 a A1 až A6) jsou seřazeny sestupně, kde K1 znamená nejlepší adhezi a K6 nejhorší adhezi. Při zkoušce přilnavosti vpichem, byl použit Rockwellův indentor se zatížením 1500 N.

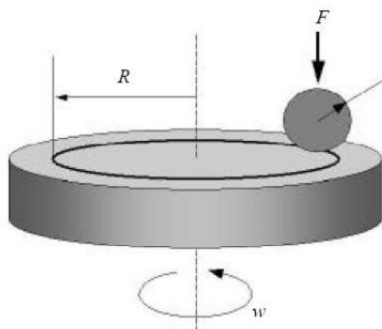
## **5.4 Součinitel tření**

Patří k důležitým faktorům tribologických vlastností systému tenká vrstva – substrát. Zkouška se zaměřuje hlavně na určení součinitele tření a jeho změny v průběhu zkoušky při kombinaci dvou materiálů (hodnoceného substrátu a zkušebního tělíska). V důsledku tření dvou povrchů dochází ke vzniku stopy po opotřebení. Měřením opotřebené plochy profilometrem a zkoumáním okolí samotné stopy, se získávají potřebné informace opotřebení.

### **5.4.1 Ball on Disc**

K určení součinitele tření byla použita technika „ball-on-disc“, jejíž princip spočívá v umístění tělíska ve formě nerotující kuličky na povrchu vzorku. V určité zvolené vzdálenosti od středu vzorku je umístěna kulička zatížena předem definovanou silou.

Disk se začne otáčet definovanou rychlostí (otáčkami za minutu) a vykoná předem stanovený počet otáček.



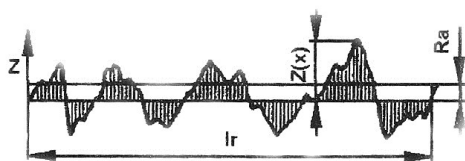
**Obr. 22** – princip měření ball on disc [1]

Přímým výsledkem měření je graf závislosti koeficientu tření na vzdálenosti (resp. počtu otáček). Zkoušky byly provedeny přístrojem BRUKER (Obr. 62).

## 5.5 Drsnost povrchu

Drsnost povlaku je ovlivněna způsobem nanesení povlaku, jeho složením a kvalitou opracování nástroje. Při měření drsnosti se neuvažují vady povrchu, tj. náhodné, ojediněle se vyskytující a nepravidelné nerovnosti (rysky, trhlinky, důlky apod.), které vznikají v důsledku vad materiálu. Drsnost vrstev je zvýšena díky ulpívajícím makročástic na povrchu, které vznikají během povlakovacího procesu.

Pro nás je důležitým parametrem střední aritmetická úchylka profilu  $R_a$ .



$$R_a = \frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} |Z(x)| dx$$

**Obr. 23** – Parametr  $R_a$  [29]

Je přednostní výškovou charakteristikou drsnosti povrchu. Je to aritmetický průměr absolutních hodnot pořadnic  $Z(x)$  v rozsahu základní délky  $l_r$ . Vypovídající schopnost parametru  $R_a$  je nízká, nereaguje na extrémní výšky hrotů profilu a hloubky rýh profilu [29].

## 6 METODIKA EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI

Cílem diplomové práce je *zlepšování užitných vlastností střížných nástrojů povlakováním*. Konkrétně posoudit užité vlastnosti tří variant chemických složení povlaků, nanesených na nástroj rozdílnými metodami. PACVD a PVD. Dalším cílem bylo ověřit kvalitu nanesených povlaků, a to na základě experimentálních prací. V předchozích kapitolách byly uvedeny principy analýz, které dovolují zachytit vlastnosti systému tenká vrstva - substrát. Práce je rozdělena na dvě části: část teoretickou, která je věnována rozboru současného stavu povlakování a vysvětlení použitých povlaků a metod povlakování a na část praktickou, která se skládá z následujících zkoušek, měření a srovnávání nanesených povlaků:

1. měření tloušťky tenké vrstvy metodou Kalotest a optickou metodou,
2. měření fázového rozhraní, rastrovacím elektronovým mikroskopem,
3. měření drsnosti, optickou EDX analýzou,
4. měření tvrdosti dle ČSN EN ISO 14 577,
5. měření tribologických vlastností dle ČSN EN 1071-13,
6. měření adheze vrypem dle ČSN EN 1071-3,
7. stanovení chemického složení tenké vrstvy dle ČSN EN 1071-4,
8. profilová analýza tenké vrstvy optickou emisní spektrometrií (GDOS).

Úkolem mé práce, je vyhodnotit výsledky experimentálních zkoušek a porovnat s výsledky, které budou získány technologickou zkouškou trvanlivostí ostří střížného nástroje při použití různých variant povlaků, s původním používaným povlakem TiCN.

## 7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Pro experimentální část jsem zvolil střížné nástroje vyrobené z rychlořezné oceli DIN/EN 1.3554 se zvýšenou houževnatostí, která je vhodná pro práci za studena a pro značně namáhané nástroje k obrábění materiálu se střední a vyšší pevností. Tato rychlořezná cel je vhodná k povlakování. Zušlechťená na  $62 \pm 2$  HRC [26].

### 7.1 Zkušební vzorky

Pro experimentální zkoušky jsem měl k dispozici pro každý druh povlaku 4ks vzorků, celkem 12ks. Zhotovených z materiálu stejného chemického složení, ze kterého byly zhotoveny střížné nástroje. Vzorky jsou o rozměrech  $\varnothing 20 \times 5 \text{ mm}$ , na čelní ploše vyleštěné na drsnost  $R_a 0.05 \mu\text{m}$ .

#### 7.1.1 Chemické složení oceli DIN/EN 1.3554

**Tabulka 3 – Označení oceli**

DIN/EN	ČSN	Bohler
1.3554	19 830	S600

**Tabulka 4 – Složení oceli S600. [26]**

prvek	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	W
podíl [%]	0,88	0,22	0,35	0,021	0,011	4,12	4,97	1,77	6,50

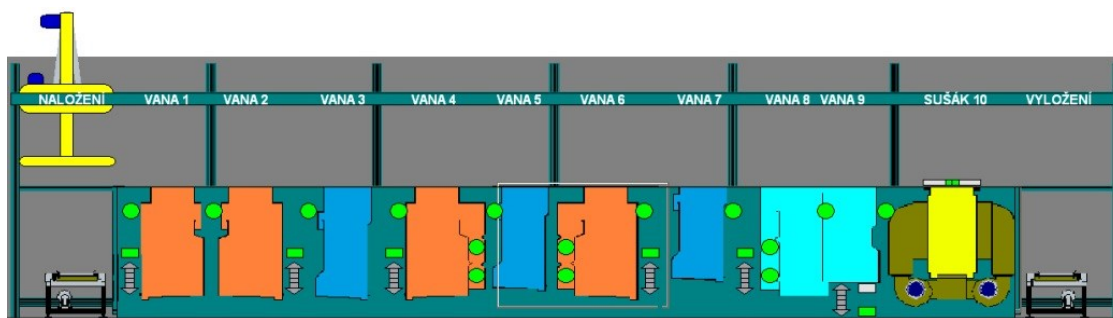
## 7.2 Čištění a odmaštění

Odmaštění je velmi důležitým úkonem před samotným nanášením tenkých vrstev. Úkolem je uvolnit nečistoty z povrchu materiálu a převést je do roztoku nebo emulze a zabránit jejich zpětnému vyloučení na povrch substrátu.

Odmaštění bylo provedeno v čisticí lince firmy NOVATEC s automatickým podávacím zařízením.

**Tabulka 5** - hodnoty odmašťovací lázně [14].

číslo vany	odmašťovací prostředek	pH	teplota [°C]	doba čištění [s]	ultrazvuk	míchání
1	Hardmetal Plus A	12,1	60	180	Ano	Ne
2	Deconex HT 170	10,5	60	180	Ano	Ano
3	Oplach		30	60	Ne	Ne
5	Oplach		30	40	Ne	Ne
6	Hardmetal HT 1233	9,2	60	180	Ano	Ano
7	Oplach		30	20	Ne	Ne
8	Oplach		30	60	Ano	Ano
9	Oplach (demi voda)		30	10	Ne	Ne
10	Sušení		50	600	Ne	Ne



**Obr. 24** - schéma automatické čisticí linky [15].

## 7.3 Použité druhy povlaků

Pro můj experiment jsem zvolil tři různé varianty chemických složení povlaků. Všechny povlaky jsou sendvičového typu.

Tyto vrstvy jsou vytvořeny pravidelným střídáním několika typů vrstev s rozdílnými vlastnostmi. Tvrdost a houževnatost závisí na tloušťce jednotlivých vrstev, poměru jejich složek, na typu kombinovaných materiálů, podle nároků předpokládané aplikace.

**Tabulka 6 - Složení vrstev**

Označení povlaku	Metoda povlakování	teplota [°C]	Základní vrstva	Mezivrstvy	Vrchní vrstva	Barva
1	PACVD	520	TiN	TiB <sub>2</sub> /TiN	TiB <sub>2</sub>	žlutošedá
2	PACVD	530	TiN	TiB <sub>2</sub> /TiBC	TiN	zlatá
3	PACVD PVD	530 300	TiN WC	TiB <sub>2</sub> /TiBC	TiB <sub>2</sub> Ta-C	žlutošedá šedá

Pro zjednodušení označení při vyhodnocení v tabulkách a grafech, budu používat toto označení povlaků

1. TiN/TiB<sub>2</sub>
2. TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN
3. TiBC/TiB<sub>2</sub> + DLC

### 7.3.1 Nanášení povlaku TiN/TiB<sub>2</sub>

Nanášení povlaku TiN/TiB<sub>2</sub> bylo provedeno metodou PACVD. Složení jednotlivých vrstev povlaku viz tabulka 6.

Po vytažení nástrojů a vzorků z čisticí linky, byly tyto uloženy do povlakovací komory na podložku, plnící funkci katody. Na Obr. 27 je možno vidět dolní katodu, a horní anodu pro aktivaci plasmatického výboje, pro následnou ionizaci plynné atmosféry v komoře.

**Tabulka 7 - parametry nanášení povlaku**

Metoda	Doba povlakování [h]	Teplota povlakování [°C]
PACVD	18,5	520

## **Nakládání do reaktoru**

Nástroje se nakládají do reaktoru na rošty tak, aby byly napovlakovány všechny funkční části. Kvůli dobrému nastartování plasmového výboje je nutné dodržet minimální vzdálenost mezi jednotlivými nástroji cca 2,5 cm [1].

Používané programy pro jednotlivé typy povlaků jsou uzpůsobeny na celkovou povlakovanou plochu 4-5 m<sup>2</sup>. Jednotlivé „rošty“ mají plochu 0,5 m<sup>2</sup>. Pokud součet plochy povlakovaných nástrojů a roštů v reaktoru je nižší než 4 m<sup>2</sup>, je nutno požadované plochy dosáhnout vhodným umístěním „zátěže“.

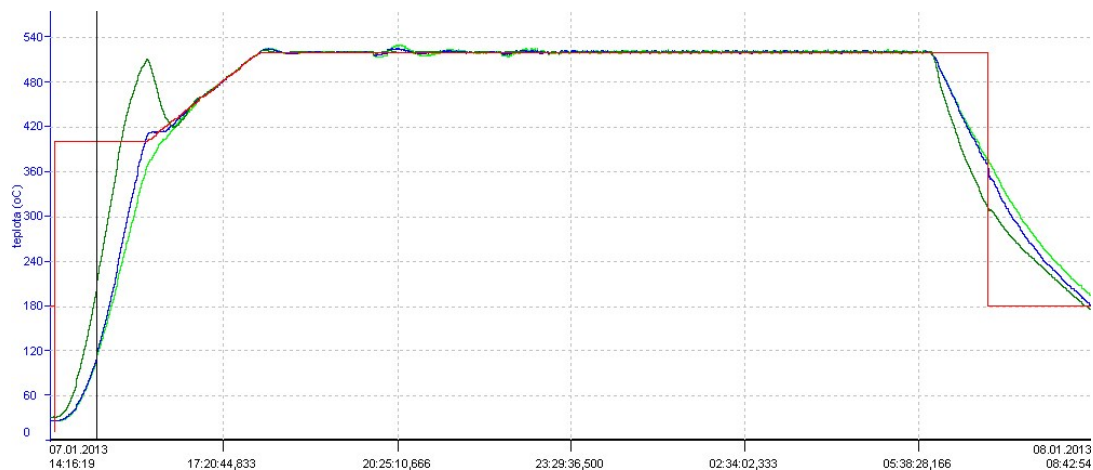
## **Kontrola zařízení před zahájením procesu povlakování**

Před zahájením procesu povlakování je nutná kontrola jednotlivých částí zařízení v následujícím pořadí:

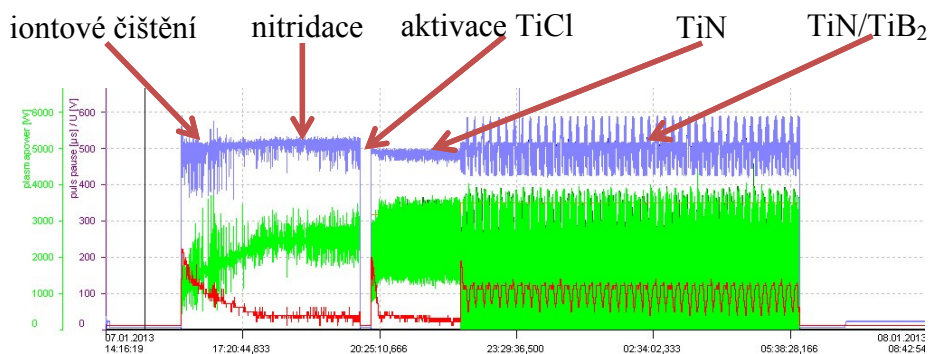
- ✓ kontrola termočlánků, zda nemůže dojít ke zkratu kontaktem s anodou,
- ✓ kontrola vodoznaku na chladicí jednotce,
- ✓ kontrola hladiny TiCl<sub>4</sub>, hladina nesmí klesnout pod nasávací zařízení, kontrola těsnosti zásobníku, provádí se po doplnění TiCl<sub>4</sub> do zásobníku,
- ✓ kontrola tlakových lahví a rozvodu plynů,
- ✓ kontrola otevření ventilů všech lahví stlačených plynů připojených k rozvodům,
- ✓ kontrola obsahu plynů v láhvi (min. tlaky),
- ✓ kontrola množství kapalného dusíku v zásobníku FEROX,
- ✓ před zavřením reaktoru zkontrolovat těsnící gumové kroužky.



Samotný průběh procesu povlakování je řízen počítačem a po spuštění se obejde bez zásahů obsluhy.



**Obr. 25 - Povlak TiN/TiB<sub>2</sub> - teplota a čas nanášení**

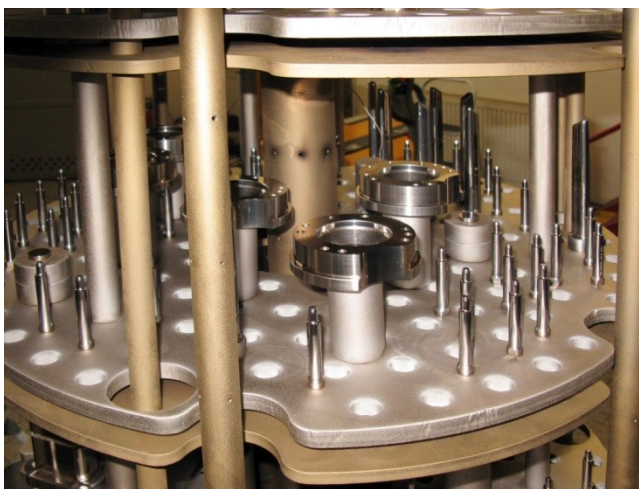


**Obr. 26 - Povlak TiN/TiB<sub>2</sub> - výkon plasmy**

Nitridace povrchu před povlakem je považována za velmi výhodnou pro zlepšení adheze základní vrstvy povlaku a také pro zvýšení tvrdosti povrchu materiálů. Plazmová nitridace se v minulosti zkoušela v jednotce PACVD ve VÚHŽ, a.s. jak pro rozdílné oceli, tak i pro podmínky nitridace [1].

### Ukončení procesu povlakování

Poslední fází procesu povlakování je chlazení. Při dosažení teploty nižší než 180°C ve všech zónách reaktoru je možno reaktor otevřít. Před otevřením reaktoru je nutno zapustit reaktor dusíkem. Při vyrovnání tlaku v reaktoru s okolním tlakem se zahlčení samo vypne, poté je možno zvednout (otevřít) pec. Po otevření je nutno nějakou dobu počkat, až nástroje vychladnou na dostatečně nízkou teplotu pro další manipulaci.



**Obr. 27** - Díly po povlaku TiN/TiB<sub>2</sub>



**Obr. 28** - Detail povlak TiN/TiB<sub>2</sub>

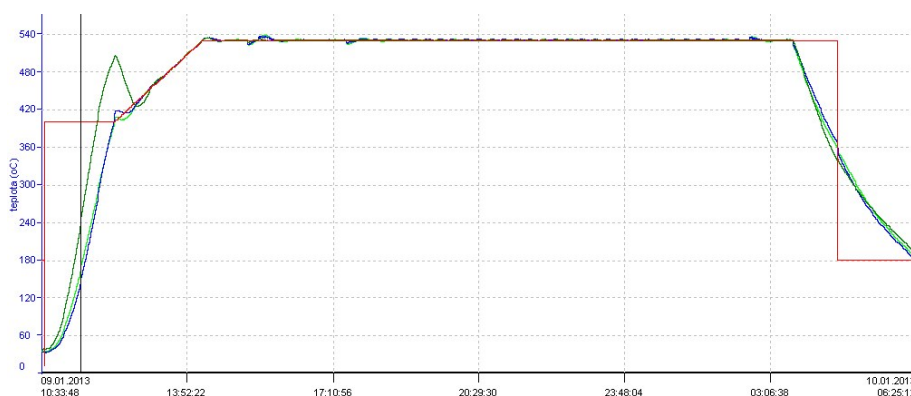
### 7.3.2 Nanášení povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN

Také nanášení povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN bylo provedeno stejnou metodou jako u povlaku v kapitole 7.3.1, tedy metodou PACVD, o jiném složení jednotlivých vrstev. Složení jednotlivých vrstev povlaku viz tabulka 6.

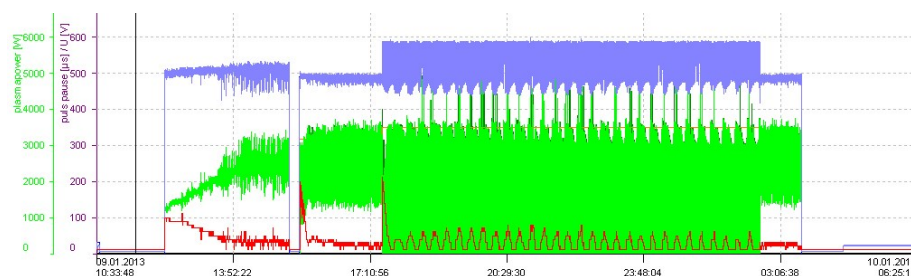
**Tabulka 8** – parametry nanášení povlaku

Metoda	doba povlakování [h]	teplota povlakování [°C]
PACVD	19,9	530

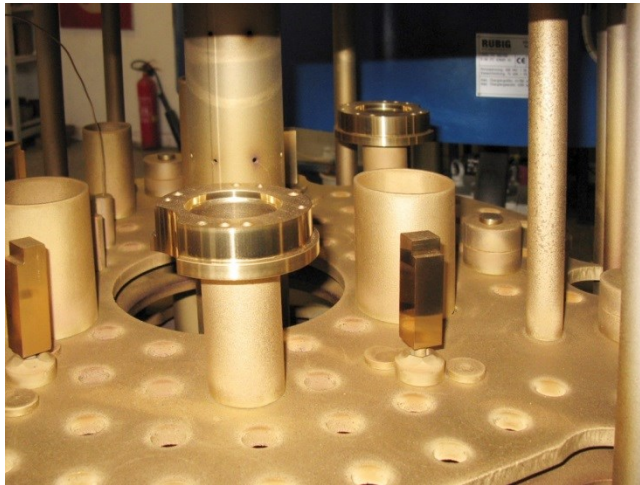
Nakládání do reaktoru, kontrola zařízení před zpuštěním a ukončení procesu probíhá stejně jako v kapitole 7.3.1



**Obr. 29** – povlak TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN teplota a čas nanášení.



**Obr. 30** - Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN výkon plasmu.



**Obr. 31** - Díly po povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN



**Obr. 32** - Detail povlak TiBC/TiB<sub>2</sub> + TiN.

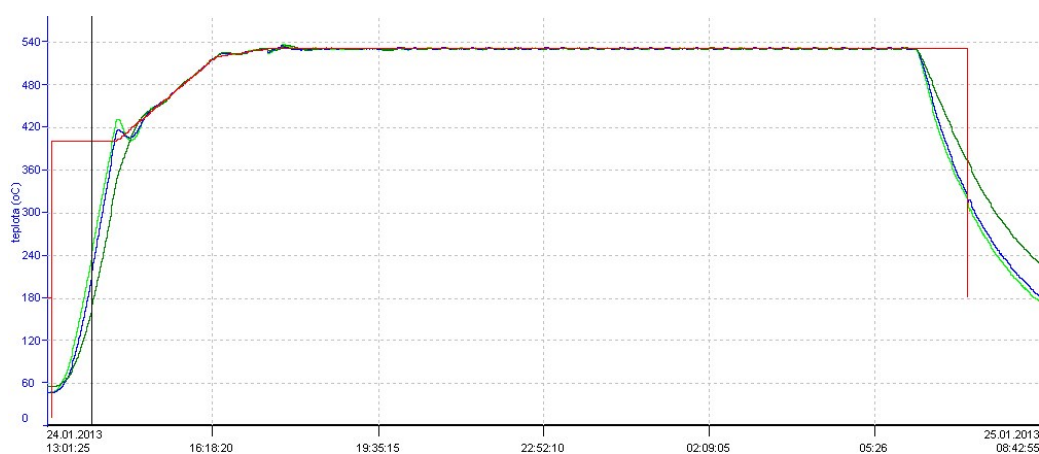
### **7.3.3 Nanášení povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>**

Povlak číslo 3. je kombinací dvou metod. Nejprve byl nanesen povlak metodou PACVD, následně byl nanesen metodou PVD povlak pod názvem DLC Hardcomp (ta-C). Složení jednotlivých vrstev povlaku viz tabulka 6.

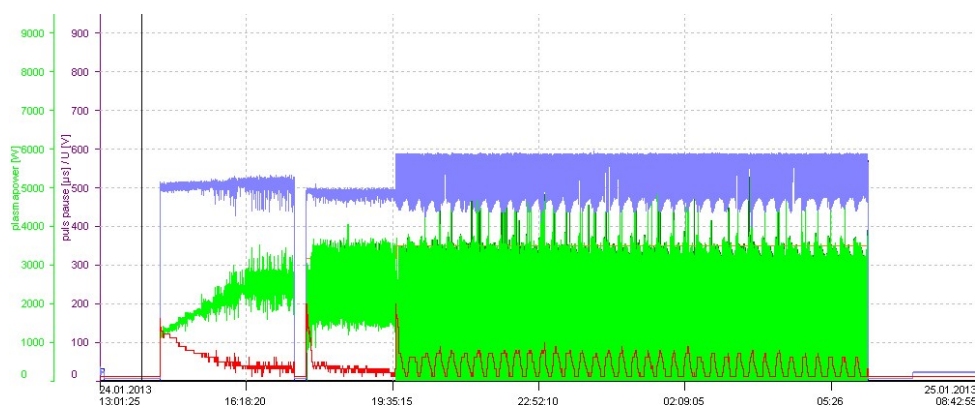
**Tabulka 8 - parametry povlaku**

povlak	Doba povlakování [h]	Teplota povlakování [°C]
TiBC/TiB <sub>2</sub>	18,5	520
a-C:H	10	230

Nakládání do reaktoru, kontrola zařízení před zpuštěním a ukončení procesu probíhá stejně jako v kapitole 7.31



**Obr. 33 - Povlak 3. Teplota a čas nanášení povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>**



**Obr. 34 - Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub> - výkon plasmy**





**Obr. 35** - Detail povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>

#### 7.3.4 Nanášení DLC ta-C povlaku metodou PVD

Příprava povlakovacího zařízení před každým procesem je velmi důležitá. Po vizuální kontrole následuje čištění jednotlivých komponentů zařízení jako terče, otočné lože s povlakovacím stolem, vyhřívání a stěny povlakovací komory. Následuje očištění stlačeným vzduchem. Topné spirály se čistí drátěným kartáčem. V těchto místech je vrstva povlaku díky tepelným dilatacím zahříváním, značně rozrušená, proto odstranění této vrstvy je bez problému.



**Obr. 36** - Povlakovací komora PVD

## **Nakládání do reaktoru**

Správné naložení nástrojů do PVD zařízení je vysoce důležité pro kvalitu nanesené vrstvy. Vzhledem k tomu, že k nanesení vrstvy dochází pouze na přímce terč-stůl, je důležité, aby činné plochy nástrojů byly vždy směrem k terčům. Používané programy pro jednotlivé typy povlaků jsou uzpůsobeny na celkovou povlakovanou plochu, čili s klesajícím obsahem plochy roste tloušťka vrstvy, proto je třeba na neosazená místa na stole přidat zátěžové válce.

## **Kontrola zařízení před zahájením procesu povlakování**

Před zahájením procesu povlakování je nutná kontrola jednotlivých částí zařízení v následujícím pořadí:

- ✓ kontrola chladicí jednotky, zda je teplota chladicí směsi mezi 13-15°C,
- ✓ kontrola tlakových lahví a rozvodu plynů,
- ✓ kontrola otevření ventilů všech lahví stlačených plynů připojených k rozvodům,
- ✓ kontrola obsahu plynů v láhvi (min. tlaky),
- ✓ kontrola stolu jestli jsou všechny držáky nástrojů správně nasazeny,
- ✓ kontrola jestli dochází k první, druhé a hlavně třetí rotaci,
- ✓ kontrola uchycení nástrojů, nehrozí-li jejich pád, vzájemný dotek či není-li stíněna pracovní část nástroje,
- ✓ kontrola pecního prostoru jestli není zkrat mezi anodou a stíněním,
- ✓ kontrola, zda zapalovací dráty pevně doléhají na jednotlivé terče,
- ✓ kontrola, zda jsou pro daný povlak namontovány vhodné katody,
- ✓ před zavřením reaktoru zkontrolovat gumové těsnění dveří.

Následuje proces automaticky řízený počítačem.

## **Ukončení procesu povlakování**

Poslední fází procesu povlakování je chlazení, při dosažení teploty nižší než 180°C na obou řídicích termočláncích je možno reaktor otevřít. Před otevřením reaktoru je

nutno zapustit jej dusíkem. Při vyrovnání tlaku v reaktoru s okolním tlakem se zahlcení samo vypne, pak je možno otevřít dveře reaktoru. Po otevření je nutno vyčkat, než nástroje vychladnou na dostatečně nízkou teplotu pro další manipulaci.

Po ukončení povlakování a vytažení z komory, povlak DLC ta-C nanášený metodou PVD neměl odpovídající adhezi. Vizuální kontrola prokázala, že na plochách, hlavně kolem otvorů, a střížné hraně, se nevyskytuje téměř žádný povlak.



**Obr. 37** - nevyhovující povlak ta-C

Proto, bylo nutné původní povlak odstranit. Byl použit přípravek Bakutrit DLC od firmy Bakuchemie, pro odstranění povrchových vrstev s obsahem uhlíku a diamantových vrstev [1].

- vhodný ke kompletnímu odpovlakování nástrojů a obrobků předem zušlechtěných povrchových ploch
- dosahuje kompletně staženou povrchovou plochu, která může být po následném dodatečném vyčištění opatřena novou vrstvou.
- výrobek nepodléhá povinnosti identifikačního označení.



Použití:

Příprava roztoku k použití v nádobě z ušlechtilé oceli, z umělé hmoty nebo skla. Naplníme nádrž vodou tak, aby byl určený materiál úplně ponořen, přidáme výrobek BAKUTRIT DLC v poměru 1:1, zvyšujeme teplotu až na 60° C a přidáme peroxid vodíku (35% procentní) v poměru 1:10. Pokud je aktivní proces odpovlakování ukončen (již se netvoří bublinky), ale na obrobku je pořád viditelná zbytková vrstva DLC, je vhodné ještě přidat peroxid vodíku.



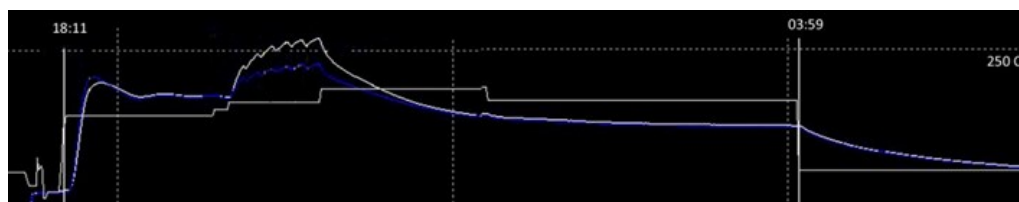
**Obr. 38** - nástroj po odpovlaku

Po ručním přeleštění byl nástroj vložen do povlakovacího zařízení.

### **7.3.5 Nanášení DLC a-C:H povlaku metodou PACVD**

Vrstva a-C:H (amorfní hydrogenovaná směs uhlíku), se připravuje metodou PACVD, proto má lepší adhezi, než předchozí použitý DLC povlak. Pro překonání problému špatné adheze je použita depozice tenké mezivrstvy WC. Pracovní postup je popsán v kapitole 7.3.4.

Následuje proces automaticky řízený počítačem.



**Obr. 39-** Teplota a čas nanášení povlaku a-C:H

Po ukončení a vychladnutí z povlakovací komory obr. 41 a vizuální kontrole byla depozice povlaku DLC a-C:H vyhovující. To dokladují i později vyhotovené zkoušky a měření.



**Obr. 40-** Díly po povlaku a-C:H

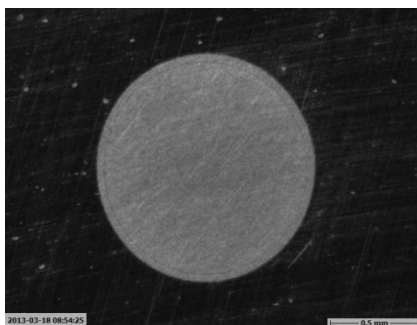


**Obr. 41** - Detail povlak a-C:H

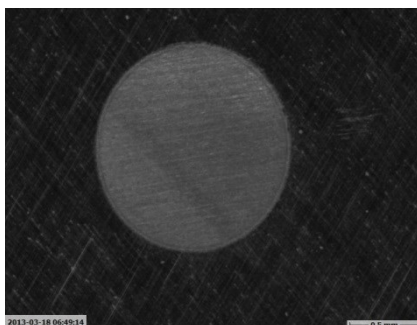
## 8 MĚŘENÍ TLOUŠTKY POVLAKU

### 8.1 Měření metodou KALOTEST

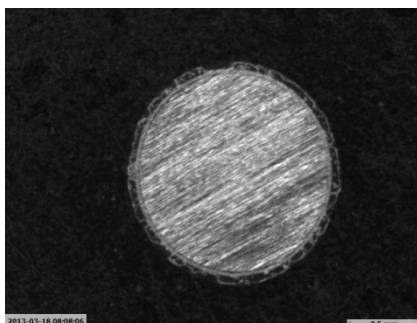
Popis měření a výpočtu tloušťky vrstvy jsem popsal v kapitole 5.1.1, proto se budu věnovat jen výsledkům.



**Obr. 42** – povlak TiN/TiB2



**Obr. 43** – povlak TiBC/TiB2 + TiN



**Obr. 44** – povlak TiBC/TiB2 + DLC

Odečtení hodnot z fotografií je obtížné a měření lze považovat jen jako informativní. Na obrázku 42 a 43 je rozhraní mezi substrátem a povlakem vidět jen obtížně, na obrázku 44 je možno vidět odlupování vrstvy. Proto byly hodnoty tloušťek ověřeny ještě měřením na příčném řezu metalografického výbrusu pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu.

## 8.2 Měření rastrovacím elektronovým mikroskopem

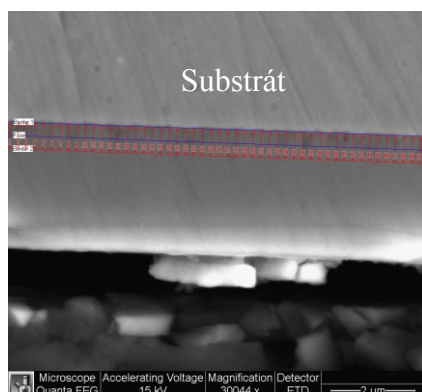
Tloušťku povlaku jsem měřil rastrovacím elektronovým mikroskopem Quanta 450 FEG. Mikroskop je plně integrovaný REM se systémem Trident-APEX 4 (EDX/WDX/EBSD), pracující ve třech různých režimech vakua, umožňuje generovat a snímat vodivé i nevodivé materiály včetně určení jejich chemického složení a struktury. Tento přístroj jsem použil pro změření tloušťky jednotlivých vrstev povlaku, jako základní vrstvy, mezivrstvy a vrchní vrstvy.



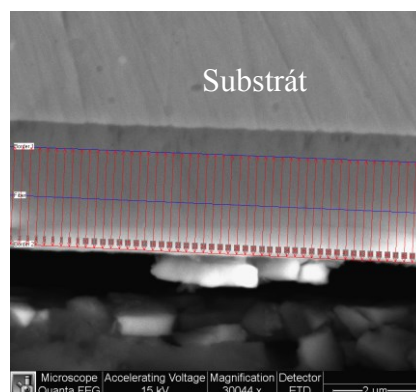
**Obr. 45** - Rastrovací elektronový mikroskop Quanta 450 FEG [1].

Sečtením jednotlivých rozměrů tloušťky vrstev je výsledná tloušťka povlaku. Rozřezané vzorky před zkouškou byly zality do pryskyřice a po ztuhnutí přebroušeny pro vytvoření plochy pro měření. Na tuto plochu se nanese NITAL (3% roztok kyseliny dusičné v etylalkoholu) pro naleptání a možnosti vyniknutí struktury.

## Povlak $\text{TiN/TiB}_2$

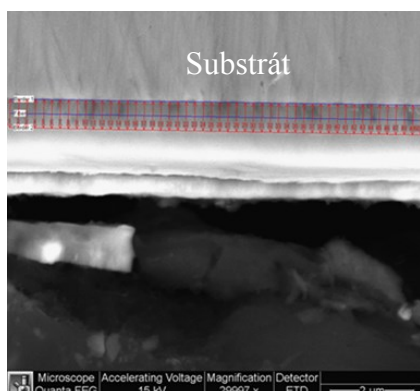


**Obr. 46** - Tloušťka vrstvy TiN vzorku 1.4.

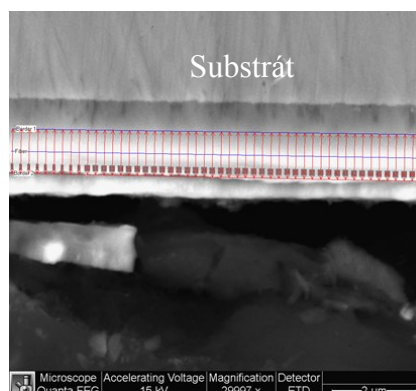


**Obr. 47** - Tloušťka vrstvy  $\text{TiN/TiB}_2$  vzorku 1.4.

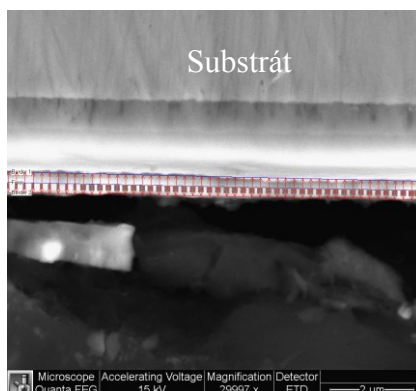
## Povlak $\text{TiBC/TiB}_2 + \text{TiN}$



**Obr. 48** - Tloušťka vrstvy TiN vzorku 2.4.

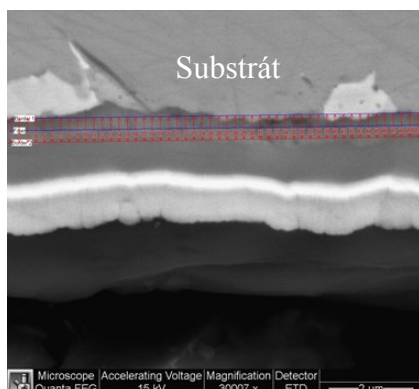


**Obr. 49** - Tloušťka vrstvy  $\text{TiBC/TiB}_2$  vzorku 2.4.

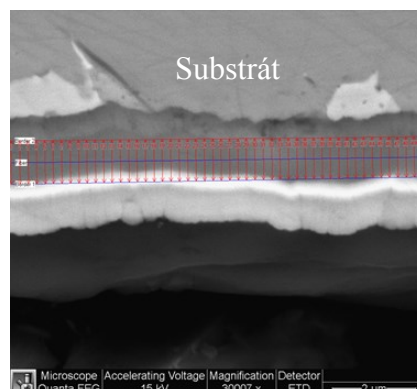


**Obr. 50** - Tloušťka vrstvy TiN vzorku 2.4.

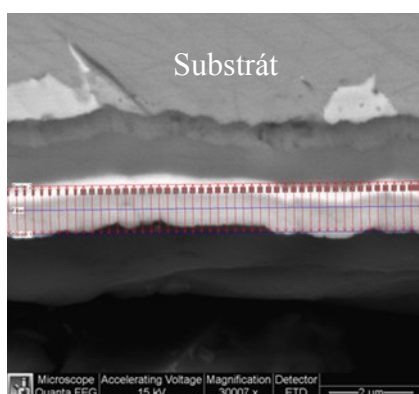
## Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC



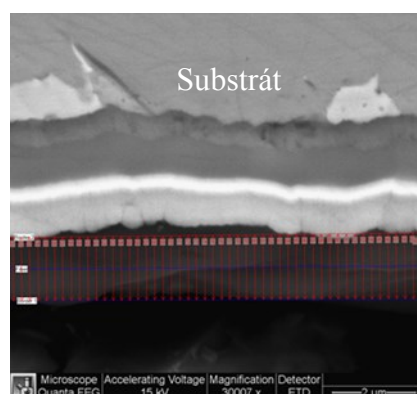
**Obr. 51** - Tloušťka vrstvy TiN vzorku 3.4.



**Obr. 52** - Tloušťka vrstvy TiBC/TiB<sub>2</sub> vzorku 3.4.



**Obr. 53** - Tloušťka vrstvy TiBC/TiB<sub>2</sub> vzorku 3.4.



**Obr. 54** – Tloušťka vrstvy a-C:H vzorku 3.4.

## 8.3 Vyhodnocení měření

V tabulce 9. jsou naměřené hodnoty v nm, celková hodnota tloušťky povlaku je přepočtena na hodnoty v  $\mu\text{m}$ . Ve všech případech se jednalo o povlaky vícevrstvé. Na obrázcích je vidět, jak první vrstva kopíruje tvar nerovností substrátu, ale s dalšími vrstvami povlaku se nerovnosti zmenšují. Srovnání naměřených vrstev je uvedeno v grafu 1. Jak je vidět, hodnoty z Kalotestu jsou nižší, než hodnoty z mikroskopu. To proto, že z fotografií z Kalotestu bylo obtížné hodnoty odečítat, naopak hodnoty z mikroskopu jsou považovány za přesnější.

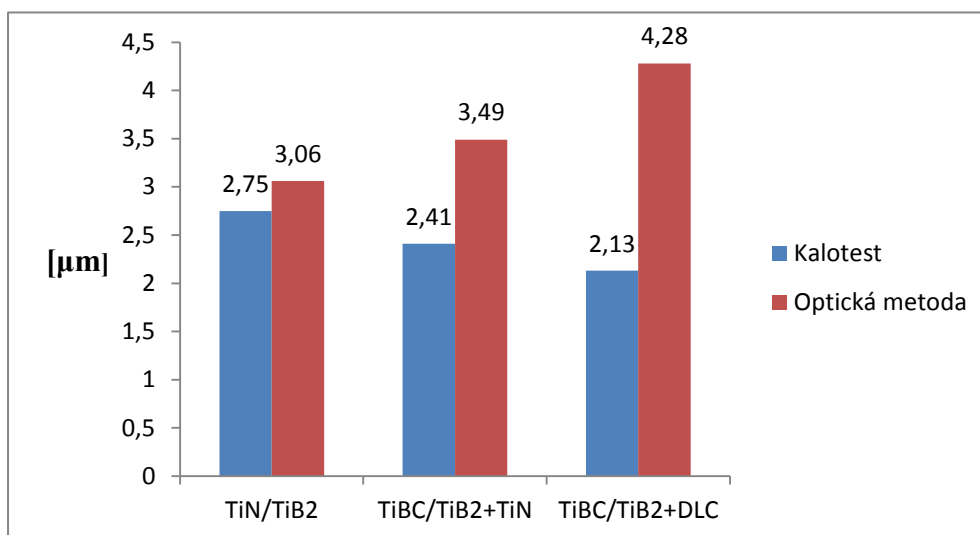


**Tabulka 9** – Naměřené tloušťky povlaků elektronovým mikroskopem

Vzorek	Vrstva povlaku	Průměrná hodnota [nm]	Maximální hodnota [nm]	Minimální hodnota [nm]	Směrodatná odchylka	Tloušťka povlaku [μm]
1.4	TiN	688,62	691,40	685,85	1,63	3,06
	TiN/TiB <sub>2</sub>	2374,12	2382,62	2365,62	17,0	
2.4	TiN	694,72	709,35	680,09	8,62	3,49
	TiBC/TiB <sub>2</sub>	2327,40	2336,11	2318,70	5,13	
	TiN	470,88	495,29	446,48	14,38	
3.4	TiN	576,85	581,59	572,10	2,80	4,28
	TiBC/TiB <sub>2</sub>	1000,10	1039,10	961,11	22,97	
	TiBC/TiB <sub>2</sub>	1160,46	1174,95	1145,97	8,53	
	DLC	1544,27	1572,90	1515,64	16,86	

Měřením tloušťky vrstev bylo zjištěno, že jejich hodnoty jsou v poměru k délce času nanášení jednotlivých povlaků. Na vzorku 3.4 má povlak TiBC/TiB<sub>2</sub> dvě rozhraní. Proto jsem provedl chemickou analýzu jednotlivých vrstev, viz tabulka 22. Je to pravděpodobně zapříčiněno odpovlakem vrstvy DLC s následkem snížení uhlíku ve vrstvě. Pak součet tlouštěk obou vrstev je porovnatelný se stejnou vrstvou na vzorku 2.4.

**Graf 1** – srovnání tlouštěk povlaků měřených různými metodami

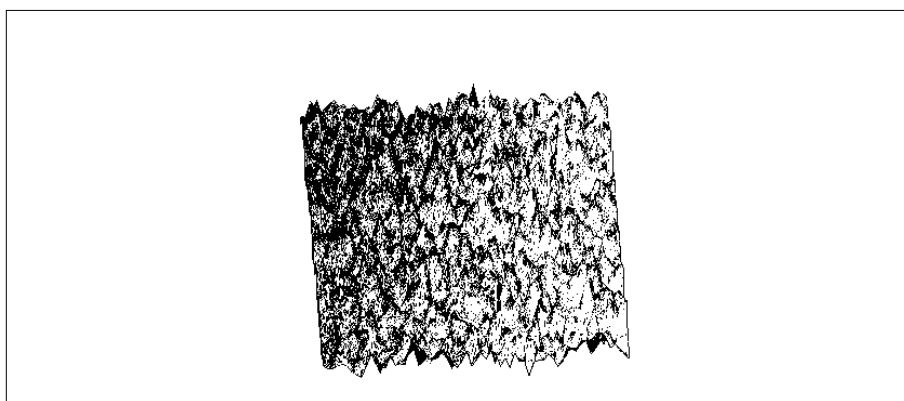


Hodnota tloušťky povlaku TiN/TiB<sub>2</sub> je nejnižší, ale odpovídá hodnotě garantované výrobcem. Na povlak 2 a 3 byla nanesena jedna vrchní vrstva navíc, což odpovídá vyšší naměřené hodnotě.

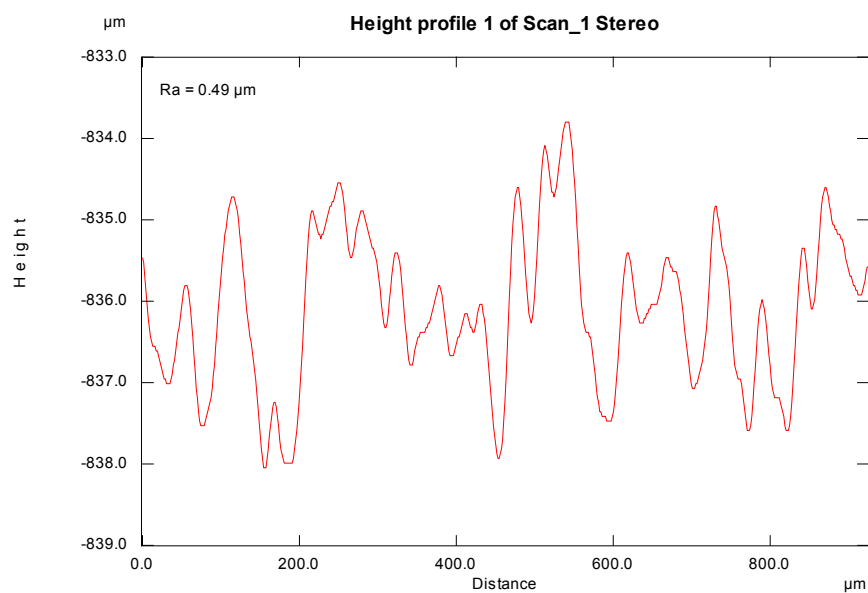
## 9 MĚŘENÍ DRSNOSTI POVRCHU

Měření drsnosti bylo prováděno na řádkovacím elektronovém mikroskopu, popisovaném v kapitole 5.1.2, kde byly EDX analýzou zkoušeny povlaky a povrchy na třech typech povlaků. Ke zkoušení povrchů byl použit systém SCANDIUM.

### Povlak TiN/TiB<sub>2</sub>



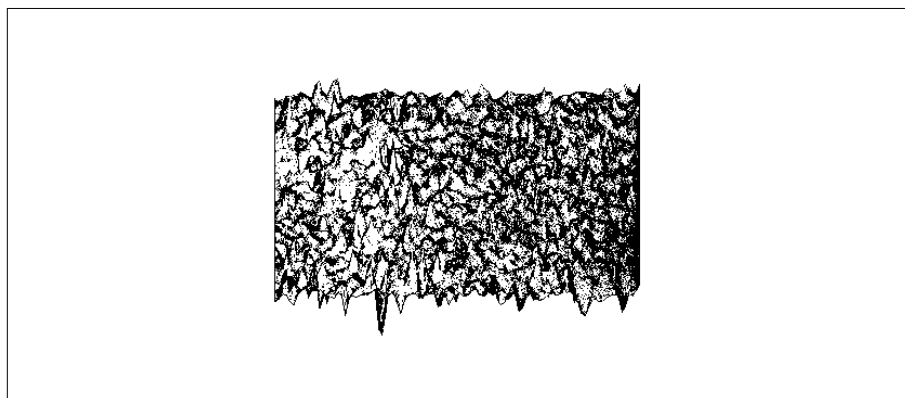
**Obr. 55** - Povrch povlaku TiN/TiB<sub>2</sub> - 3 D-systém SCANDIUM



**Obr. 56** - Hlubkový profil povrchu TiN/TiB<sub>2</sub>



## Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN

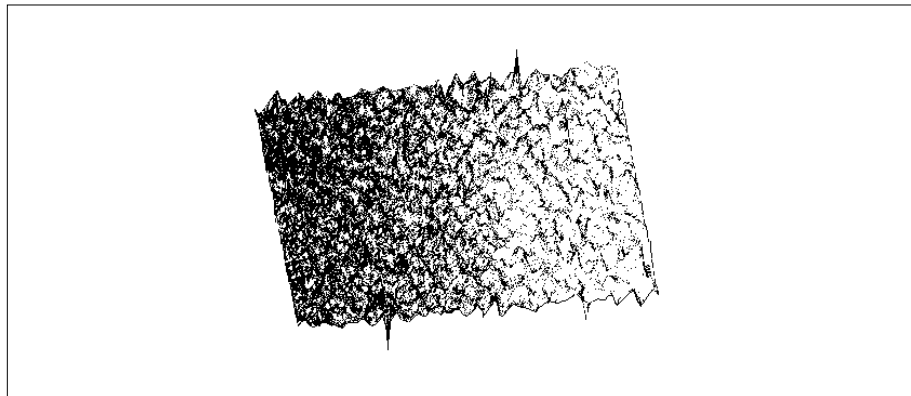


**Obr. 57** - Povrch TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN - 3 D-systém SCANDIUM

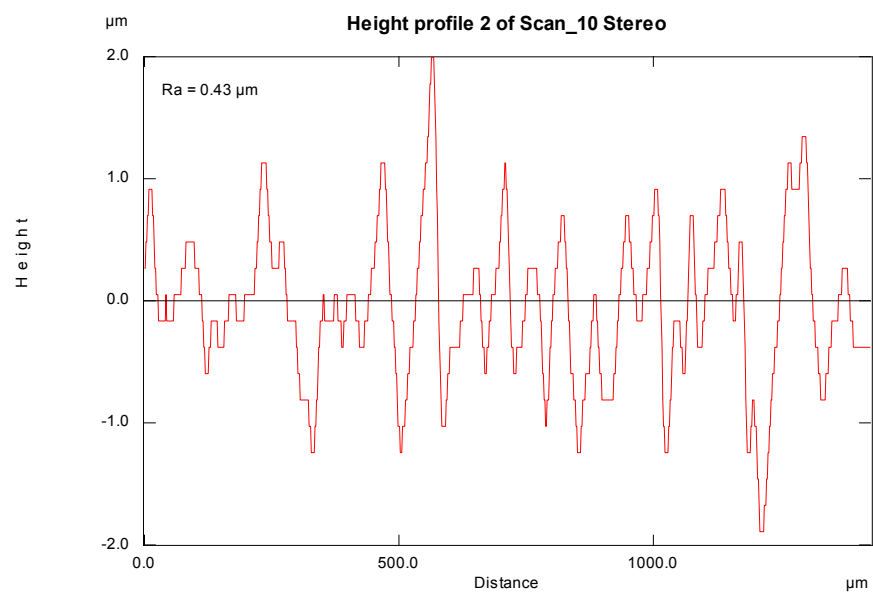


**Obr. 58** - Hloubkový profil povrchu TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN

## Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC



**Obr. 59** - Povrch TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC - 3D-systém SCANDIUM



**Obr. 60** - Hlubkový profil povrchu TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC

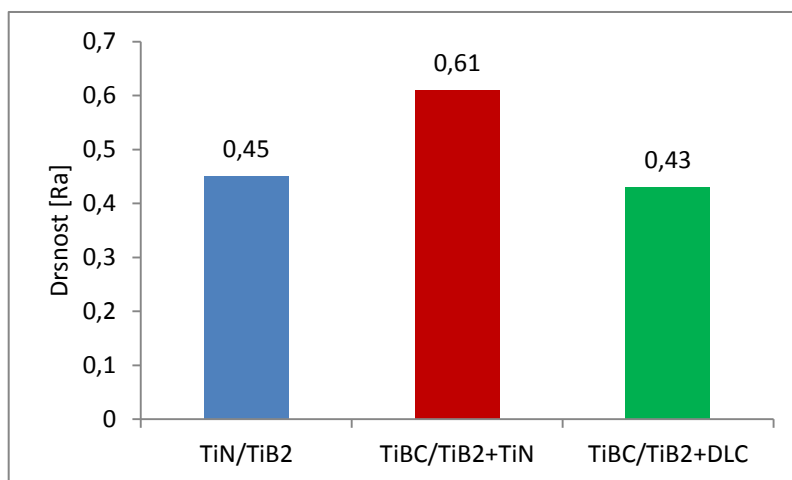
## 9.1 Vyhodnocení měření drsnosti

**Tabulka 10** – Drsnost povrchu na jednotlivých povlácích

povlak	Drsnost [Ra]
TiN/TiB <sub>2</sub>	0,49
TiBC/TiB <sub>2</sub> +TiN	0,61
TiBC/TiB <sub>2</sub> +DLC	0,43

Nejnižší drsnost povrchu má povlak číslo TiBC/TiB<sub>2</sub> +DLC, kde vrchní vrstva je a-C:H. Právě tyto povlaky se vyznačují nízkou hodnotou drsnosti. Po nanesení povlaků byly nástroje přešetřeny ručně na požadovanou drsnost dle výkresové dokumentace na Ra 0,4.

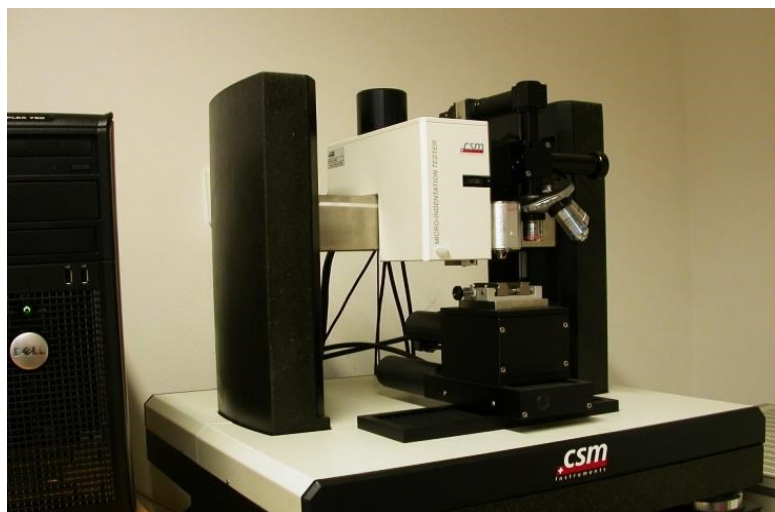
**Graf 2** – Drsnost povrchu jednotlivých povlaků



## 10 MĚŘENÍ TVRDOSTI POVLAKU

Pro měření tvrdosti tenkých vrstev byla použita technika mikro/nano indentace. Přístroj CSM měří při zatíženích do 10 N pro mikromodul a od 1 do 500 mN pro nanomodul. Tento přístroj ke měření nanotvrdosti používá diamantový indentor typu Berkovitch (pravidelný trojboký jehlan) a mikrotvrdosti diamantový indentor typu Vickers (pravidelný čtyřboký jehlan).

Přístroj analyzuje dynamickou odezvu materiálu na zatěžování. Je možné určit změny mechanických vlastností (tvrdost, Youngův modul) v časovém průběhu pronikání hrotu do materiálu a lze je zaznamenat jako funkci hloubky vtisku.



**Obr. 61** – přístroj CSM pro měření mikro/nano tvrdosti

Z výsledných hodnot lze nejen určit hodnotu tvrdosti, ale i např. podíl elastické a plastické deformace během zatěžovacího cyklu. Bylo provedeno 12 vpichů na každém vzorku při zatížení 35 mN. Vyhodnocení výsledků proběhlo dle metody Olivera a Pharra. V tabulce jsou uvedeny průměrné hodnoty.

## 10.1 Vyhodnocení měření

Zatížení indentoru je zvoleno tak, aby nedošlo k ovlivnění měřených dat vlastnostmi substrátu. Hodnoty mechanických veličin byly měřeny podle normy ČSN EN ISO 14 557

**Tabulka 11** – Nanotvrdost, mikrotvrdost a Youngův modul pružnosti

Povlak	HIT [GPa]	HV 0,035	EIT [GPa]
TiN/TiB <sub>2</sub>	23,8	2210	267
TiBC/TiB <sub>2</sub> + TiN	26,3	2437	341
TiBC/TiB <sub>2</sub> + DLC	19,9	1850	180

Hodnoty nanotvrdosti a mikrotvrdosti podle Vickerse navzájem korespondují. Také větší Youngův modul pružnosti EIT je v poměru k tvrdosti povlaků.

Z naměřených hodnot vyplývá, že všechny tři druhy povlaků měly tvrdost na spodní hranici udávané výrobcem. Nejvyšší tvrdost má povlak s vrchní vrstvou TiN. O něco nižší tvrdost má povlak s vrchní vrstvou TiB<sub>2</sub>. Nejnižší tvrdost má povlak s vrstvou DLC, který je pod nejnižší hodnotou udávanou výrobcem.

# 11 MĚŘENÍ TRIBOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ

## 11.1 Ball on Disc

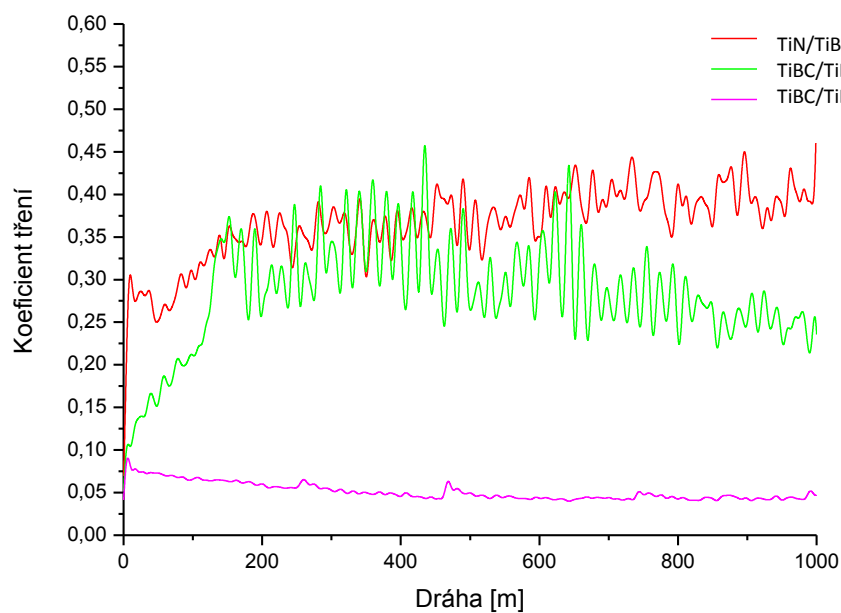
K určení součinitele tření byla použita technika „ball-on-disc“, jejíž princip spočívá v umístění tělíska ve formě nerotující kuličky na povrchu vzorku. Princip této metody je popsán v kapitole 5.4.1.

Přímým výsledkem měření je graf závislosti koeficientu tření na vzdálenosti (resp. počtu otáček). Zkoušky byly provedeny přístrojem BRUKER znázorněným na obrázku 62 při následujících podmínkách:

- zatížení: 10 N
- materiál kuličky: WC
- teplota: 23 °C
- lineární rychlost: 0,1 m/s
- poloměr, po kterém se pin tělísko pohybovalo: 8 mm
- délka kluzné dráhy: 1 km



**Obr. 62** - Tribotester UMT-3 značky BRUKER [1].



**Obr. 63** - Závislosti koeficientu tření na dráze WC kuličky pro jednotlivé vzorky

## 11.2 Vyhodnocení měření

**Tabulka 12** - Hodnoty koeficientu tření

Povlak	Součinitel tření
TiN/TiB <sub>2</sub>	0,4±0,24
TiBC/TiB <sub>2</sub> +TiN	0,3±0,2
TiBC/TiB <sub>2</sub> +DLC	0,05±0,01

Z grafu je patrné, že nejmenší koeficient tření, ale i jeho stabilní průběh v rámci testu, má povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC, dále povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN. Změny koeficientu tření v průběhu testu jsou s největší pravděpodobností způsobeny přechody mezi jednotlivými částmi vrstvy systému. Největší hodnotu má povlak TiN/TiB<sub>2</sub>. Vysoká směrodatná odchylka zkoumaných vzorků vyplývá se zadírání se dvojice vrstva – kulička hned od začátku měření.

## 12. MĚŘENÍ ADHEZE POVLAKU

### 12.1 Scratch test

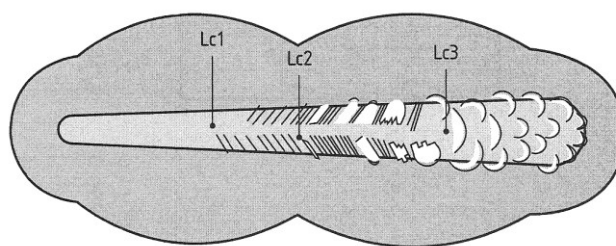
Tímto testem je hodnocena přilnavosti vrstvy k substrátu. Využívá se principu postupně se zvyšující zátěžové síly na diamantový Rockwellův hrot při současném posouvání špičky hrotu po měřené vrstvě. V důsledku tření dvou povrchů dochází ke vzniku stopy po opotřebení. Princip a postup metody je popsán v kapitole 5.3.1. Měření bylo provedeno na přístroji UMT Apex značky BRUKER.



**Obr. 64-** Scratch tester UMT Apex značky BRUKER [1].

Dle ČSN EN 1071-3 je hodnocen tvar vrypu, dle obr. 65

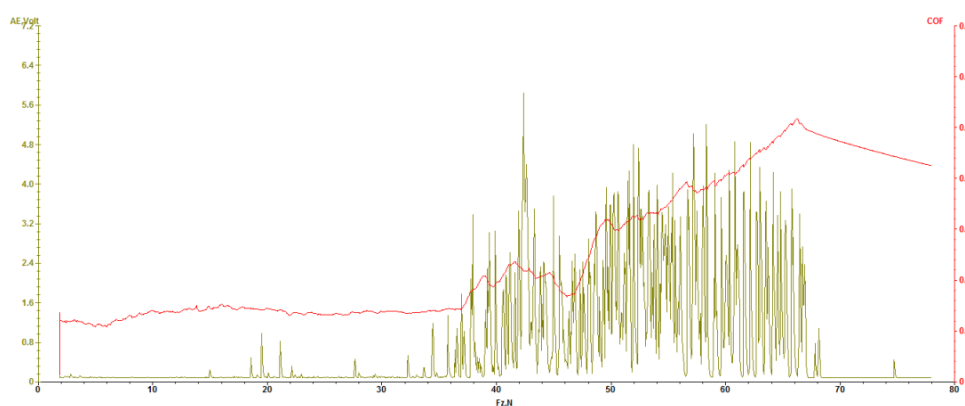




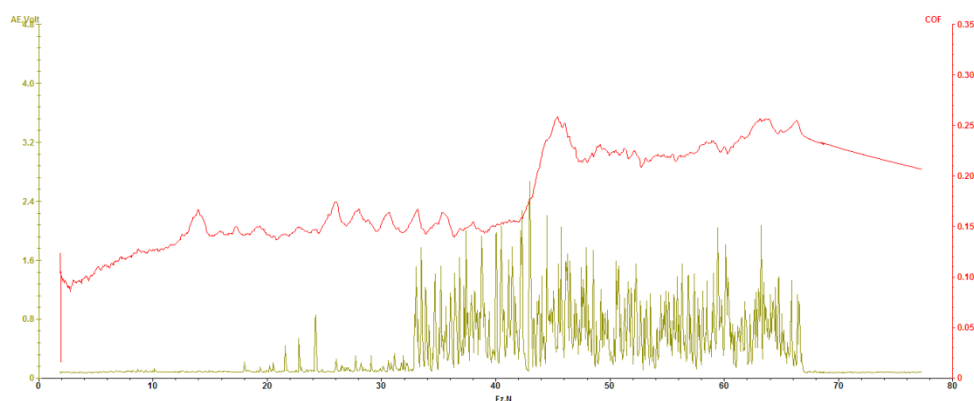
**Obr. 65** – Schematické znázornění hodnocení [27].

- Lc1 - praskání, první porušení povlaku
- Lc2 – porušení povlaku většího rozsahu
- Lc3 – první adhezní porušení povlaku

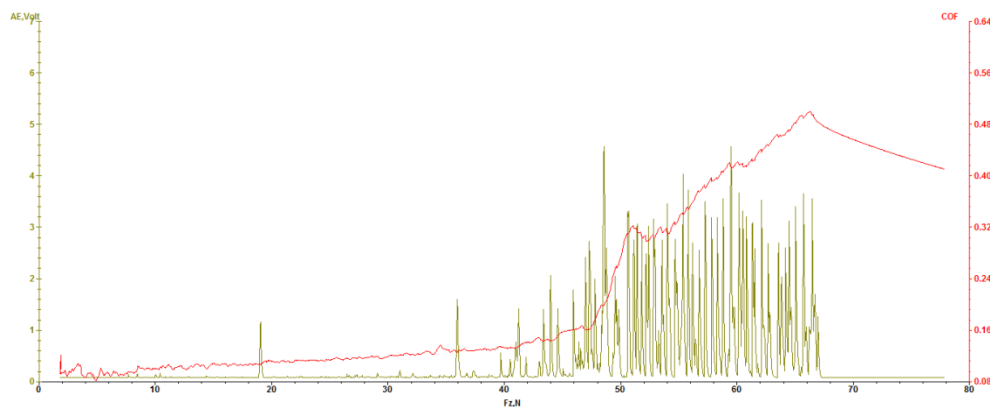
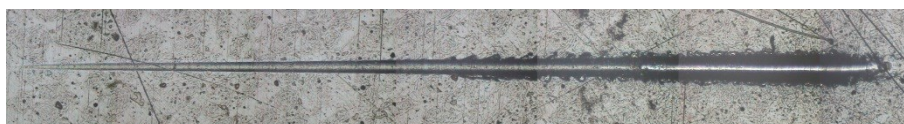
Postupné zatížení v rozsahu 2 - 80 N, při posuvu 0,13 mm/s a celkové délce 5 mm. Při zkoušce byl použit Rockwellův hrot (vrcholový úhel 120°).



**Obr. 66** – Vrypová stopa a graf povlaku TiN/TiB<sub>2</sub>



**Obr. 67** - vrypová stopa a graf povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN

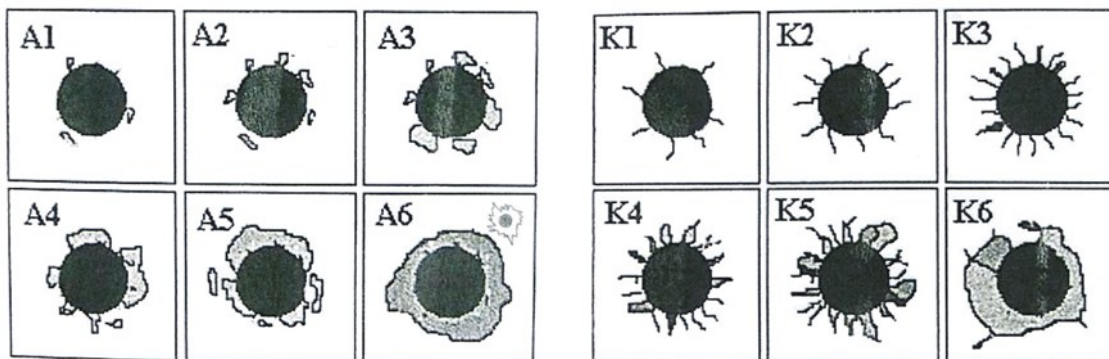


**Obr. 68** - vrypová stopa a graf povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC

## 12.2 Vnikající zkouška

Vnikající zkouška patří mezi velmi rozšířené metody, sloužící ke zjišťování adheze povlaku na základě sledování rozvoje a charakteru trhlin. Vyhodnocení vtisku se provádí přiřazením adhezních čísel (obr. 69), která charakterizují stupeň popraskání či

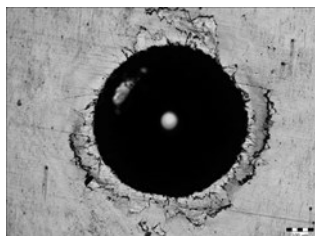
odloupnutí vrstvy. Při zkoušce přilnavosti vpichem, byl použit Rockwellův indentor se zatížením 1500 N. Výsledky Mercedes testu potvrzují výsledky z vrypové zkoušky.



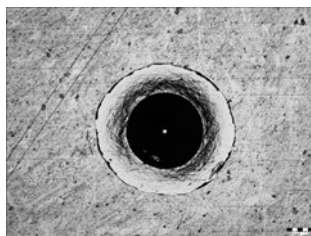
**Obr. 69** – Etalon hodnocení porušení okolí vtisku

Písmeno znamená Adhezní nebo Kohezní porušení vrstvy, číslice značí stupeň porušení. 1 – nejlepší, 6 – nejhorší

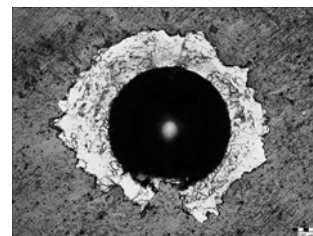
**Tabulka 13** – Záznam vnikací zkoušky povlaků



TiN/TiB<sub>2</sub>



TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN



TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC

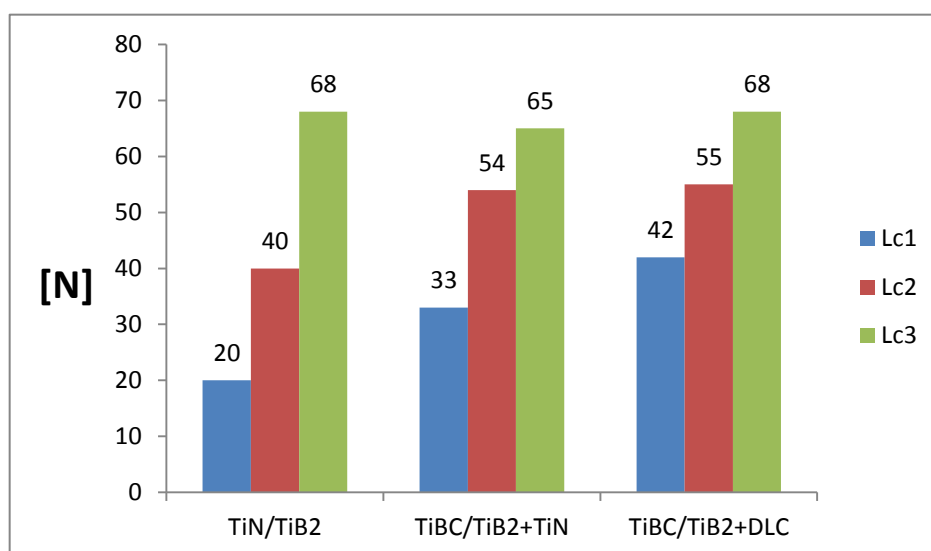
## 12.3 Vyhodnocení měření

Na základě etalonů vnikací zkoušky u všech povlaků je stupeň porušení na vysoké hodnotě, to znamená, že přilnavost není dobrá. Zkouška Scratch test je pro vyhodnocení vhodnější a přesnější, zde je patrné, že povlaky mají přilnavost k substrátu vyhovující, povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC má lepší přilnavost k substrátu.

**Tabulka 14** – vnikací zkouška, výsledné hodnoty dle etalonu

Typ povlaku	Stupeň porušení
TiN/TiB <sub>2</sub>	K6
TiBC/TiB <sub>2</sub> +TiN	A6
TiBC/TiB <sub>2</sub> +DLC	A6

**Graf 3** – Scratch test - výsledné hodnoty zatížení pro jednotlivé oblasti



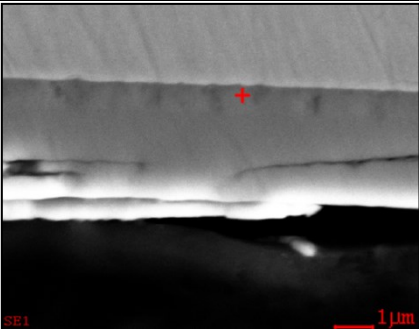
Adhezní porušení  $L_{c3}$  u všech tří povlaků má poměrně stejnou hodnotu, to znamená, že přilnavost povlaku k substrátu překračuje 60N, a je vyhovující. U povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC je vidět, že první porušení povlaku  $L_{c1}$  začíná až při zatížení 42N, což svědčí také o dobrých tribologických vlastnostech tohoto povlaku.

## 13 CHEMICKÉ SLOŽENÍ POVLAKU

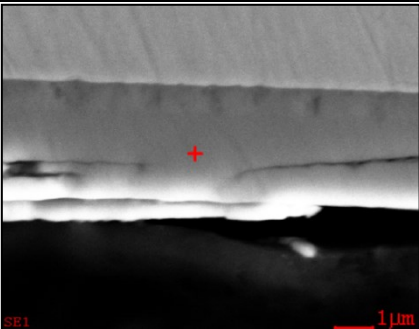
Chemickou analýzu jednotlivých vrstev povlaku jsem měřil rastrovacím elektronovým mikroskopem Quanta 450 FEG. Mikroskop je detailněji popsán v kapitole 8. 2. Ten pracuje ve třech různých režimech vakua a umožňuje generovat a snímat vodivé i nevodivé materiály včetně určení jejich chemického složení a struktury.

### Povlak TiN/TiB<sub>2</sub>

**Tabulka 15** Chemické složení vrstvy TiN vzorku 1.4

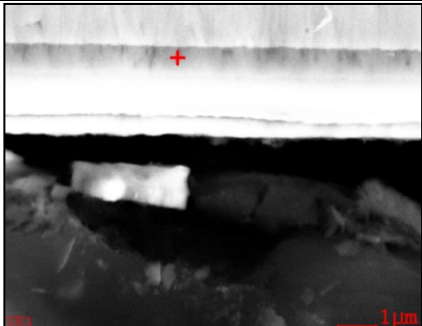
	Prvek	Wt [%]	At [%]
	N	14.89	37.43
	Ti	85.11	62.57

**Tabulka 16** - Chemické složení vrstvy TiN/TiB<sub>2</sub> vzorku 1.4

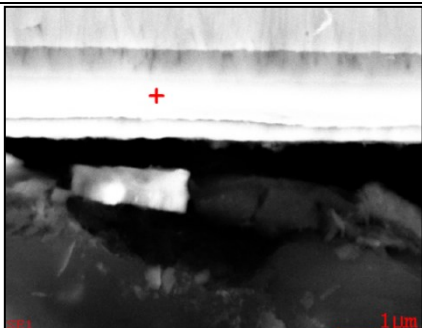
	Prvek	Wt [%]	At [%]
	N	14.6	36.9
	Ti	85.3	63.0

## Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN

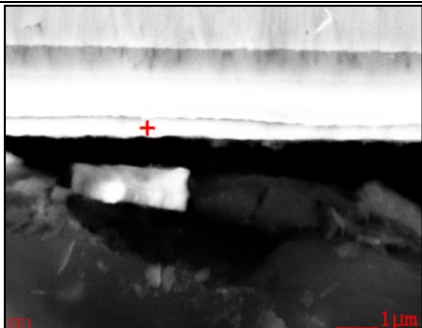
**Tabulka 17** - Chemické složení vrstvy TiN vzorku 2.4

	Prvek	Wt [%]	At [%]
	B	05.89	15.84
	C	03.36	08.14
	N	14.23	29.55
	Ti	76.52	46.47

**Tabulka 18** - Chemické složení vrstvy TiBC/TiB<sub>2</sub> vzorku 2.4

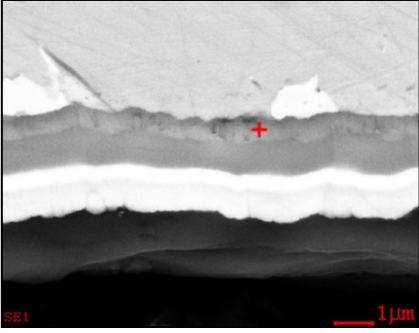
	Prvek	Wt [%]	At [%]
	B	12.3	21.1
	C	39.1	60.1
	N	0.0	0.0
	Ti	48.4	18.6

**Tabulka 19** - Chemické složení vrstvy TiN vzorku 2.4.

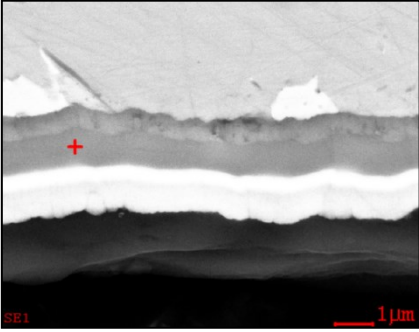
	Prvek	Wt [%]	At [%]
	C	12.1	26.3
	N	19.7	36.6
	Ti	68.1	37.0

## Povlak TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC

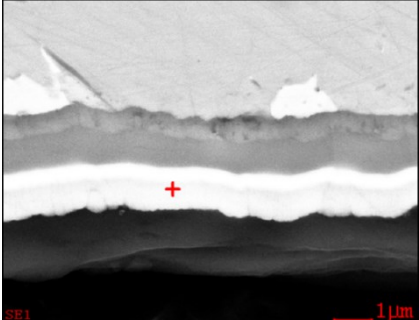
**Tabulka 20** - Chemické složení vrstvy TiN vzorku 3.4.

	Prvek	Wt [%]	At [%]
	C	2.0	10.3
	N	0.0	0.0
	W	17.3	5.6
	Mo	7.5	4.7
	Ti	0.7	0.9
	V	3.8	4.4
	Cr	3.4	3.9
	Fe	65.0	69.8

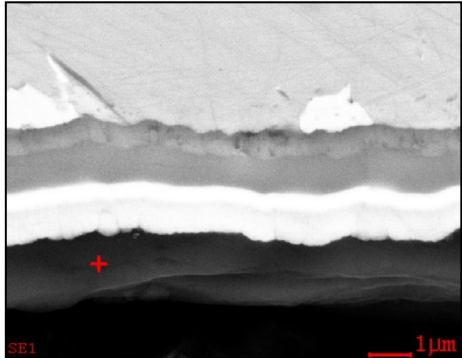
**Tabulka 21** - Chemické složení vrstvy TiBC/TiB<sub>2</sub> vzorku 3.4.

	Prvek	Wt [%]	At [%]
	C	2.0	8.6
	N	1.0	3.9
	W	3.7	1.0
	Mo	1.6	0.8
	Ti	13.1	13.9
	Cr	3.7	3.6
	Fe	74.6	67.9

**Tabulka 22** - Chemické složení vrstvy TiBC/TiB<sub>2</sub> vzorku 3.4.

	Prvek	Wt [%]	At [%]
	B	9.5	29.9
	C	2.8	8.0
	Ti	87.62	62.0

**Tabulka 23** - Chemické složení vrstvy DLC a-C:H vzorku 3.4.

	Prvek	Wt [%]	At [%]
	C	100.00	100.00

### 13.1 Vyhodnocení analýzy

V oblasti analýzy vzorku 2.4 v základní vrstvě TiN je obsaženo několik procent prvků C a B, které difundovaly z další nanesené vrstvy. Stejně je to i ve vrchní vrstvě TiN.

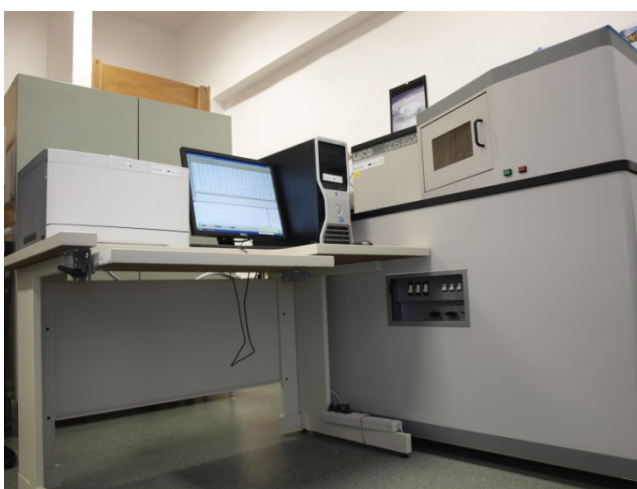
V oblasti analýzy vzorku 3.4 v základní vrstvě TiN je obsaženo více prvků viz tabulka. 20. Pravděpodobně ze substrátu, případně z nečistot při přípravě vzorku. Ve vrstvě TiBC/TiB<sub>2</sub> viz tabulka 22, je vrstva s nízkým uhlíkem To je pravděpodobně zapříčiněno odpovlakem vrstvy DLC s následkem snížení uhlíku ve vrstvě.

DLC vrstva viz tabulka 23 je 100% složená z uhlíku.



## 14 PROFILOVÁ ANALÝZA VRSTVY POVLAKU

Analytická technika optické emisní spektroskopie s buzením doutnavým výbojem (GDOS) umožňuje v kovových a nekovových materiálech objemovou analýzu se stanovením široké škály prvků, včetně lehkých prvků (H, O, N) s možností stanovení chloru a alkalických kovů (Li, Na, K), kvalitativní a kvantitativní analýzu hloubkových koncentračních profilů a povrchových vrstev. Analýza byla provedena na zařízení Leco GDS-850A (kvalitativní mód - SDPA).



**Obr. 70** - Optický emisní spektrometr Leco GDS-850A [1].

Analytická technika optická emisní spektroskopie s buzením doutnavým výbojem (GDOS) umožňuje v kovových a nekovových materiálech objemovou analýzu se stanovením prvků v systému tenká vrstva-substrát a jejich průběh koncentračního složení v závislosti na hloubce od povrchu. Analýza GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) [1] dovoluje stanovit nejen chemické složení elektricky vodivých objemových materiálů, ale i povrchové vrstvy, jako např. galvanické povlaky, tenké vrstvy nitridů kovů, cementační a nitridační vrstvy. Při postupném odprašování vzorku vstupují do výboje atomy z jednotlivých hloubkových vrstev, čímž je možné sledovat závislost koncentrace prvků na analyzované hloubce. Výsledkem měření je koncentrační profil v závislosti na hloubce odprašení. Excitací atomů se získá záření

o vlnové délce typické pro daný prvek, které je po výstupu z lampy analyzováno optickým spektrometrem.

Jednotlivé vzorky byly po odmaštění exponovány v časovém horizontu 301s. Při analytickém sledování vzorku povlaku č. 3 vzhledem k charakteru exponovaných koncentračních profilů, musel být však čas analýzy prodloužen na 501s.

## 14.1 Vyhodnocení analýzy

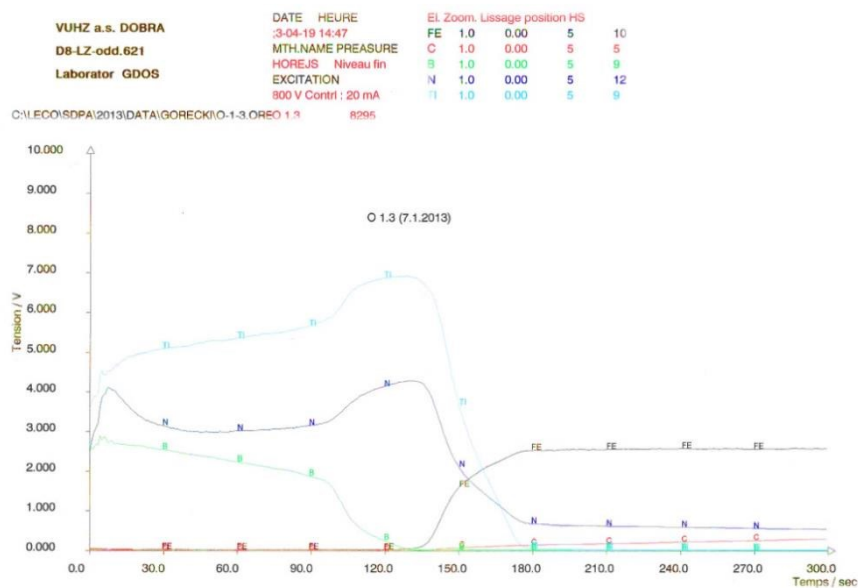
Dodané vzorky byly analyzovány za následujících podmínek:

- úprava vzorků – odmaštění n-hexanem (tampon z buničité vaty)
- analytická metoda: HOREJS (2012), [C: \LECOMETHOD\2012\ \* MTH]
- budicí zdroj: 800 V / 20 mA, expozice 301s resp. 501s
- sledované prvky: Fe, C, B, N a Ti

**Tabulka 24** - nastavení pro analýzu a grafické zpracování

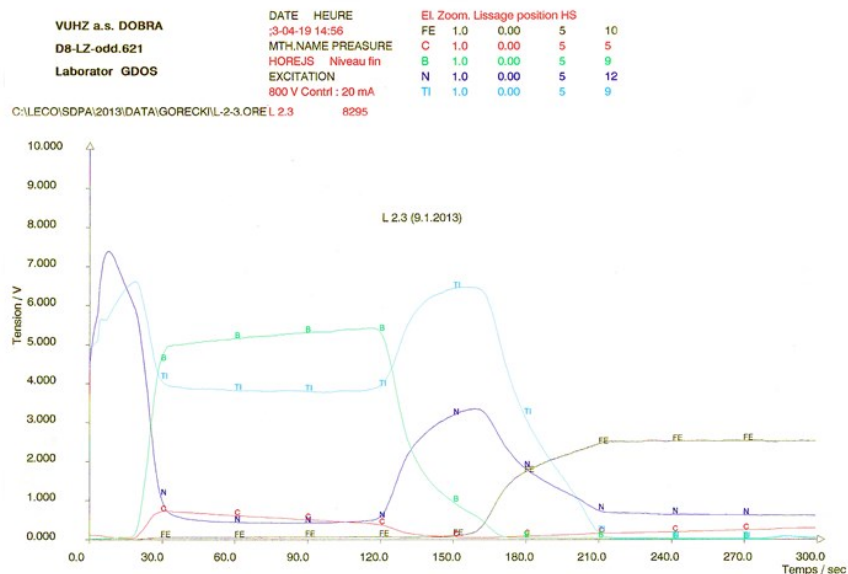
Prvek	Fe	C	B	N	Ti	Poznámka
PMT (1)	10	5	9	12	9	platí pro vzorky O1.3 a L2.3
PMT (2)	10	3	7	12	9	platí pro vzorek S3
Hlazení	5	5	5	5	5	
Zesílení	1	1	1	1	1	

PMT...stupeň nastavení fotonásobičů



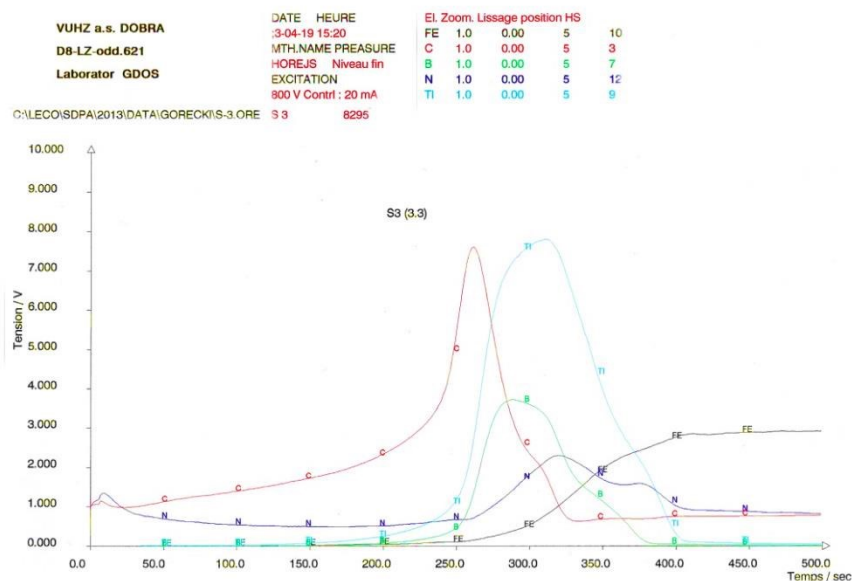
**Obr. 71** - Kvalitativní profil vybraných prvků povlaku TiN/TiB<sub>2</sub>

U povlaku TiN/TiB<sub>2</sub>, od povrchu k substrátu (zleva doprava) Bóru ubývá, přibývá Ti a N kde tyto prvky jsou v základové vrstvě. Je vidět, že Ti dobře difunduje k substrátu Fe.



**Obr. 72** - Kvalitativní profil vybraných prvků povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN

U povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>, + TiN od povrchu k substrátu (zleva doprava) je patrná na povrchu vrstva Ti a N, přibývá C a B kde tyto prvky jsou ve střední vrstvě. Bór prudce klesá, základní vrstva je opět s prvky Ti a N.



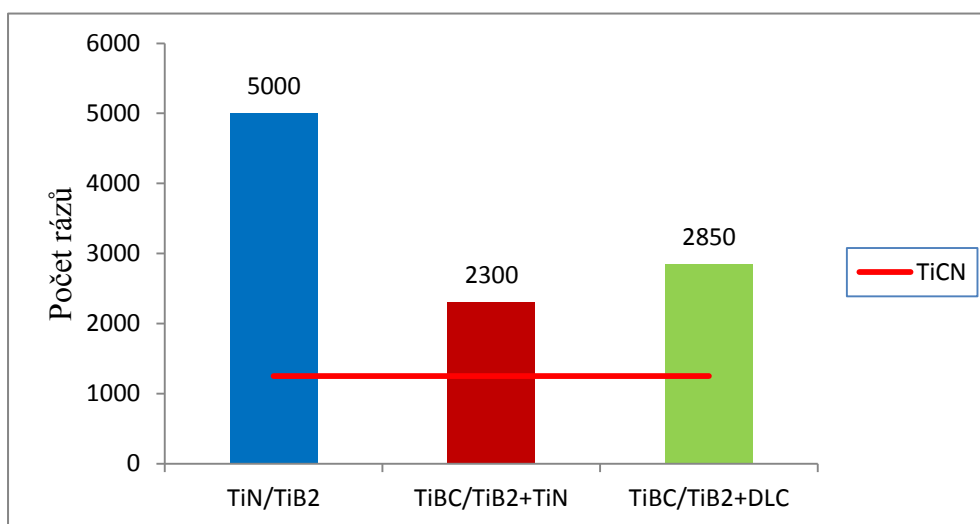
**Obr. 73** - Kvalitativní profil vybraných prvků povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>+DLC

U povlaku TiBC/TiB<sub>2</sub>, + DLC od povrchu k substrátu (zleva doprava) je vrchní vrstva C, která se zvětšuje směrem k substrátu, pak prudce klesá a zvyšuje se podíl Ti, B a N, kde tyto prvky jsou ve střední vrstvě. Bór prudce klesá, základní vrstva je opět s prvky Ti a N.

## 15 ZÁVĚR

V experimentální části, na základě rozboru současného stavu povlakování nástrojů, jsem zvolil tři typy povlaků, lišící se svým chemickým složením, ověřil možnost kombinace povlakovacích metod (PACVD, PVD) při jejich nanášení, včetně metodiky hodnocení vlastností důležitých pro stanovení kvality systému tenká vrstva - substrát. Volbou optimálního povlaku a technologie jeho nanášení pro daný způsob namáhání, lze dosáhnout násobného zvýšení životnosti nástrojů, než měl původní povlak TiCN. Z dosavadních zkušeností z provozní praxe plyne, že aplikace PACVD technologie povlakování vytváří povlaky s nejvyšší abrazivní odolností, a tedy s nejvyšším přínosem na životnost nástrojů pro práci za studena.

**Graf 4** – porovnání trvanlivost nástrojů s původním povlakem TiCN



Všechny tři nanesené povlaky splnily podmínky experimentu, to znamená prodloužení životnosti nástroje oproti původnímu povlaku TiCN. Nejlepších výsledků bylo dosaženo s komerční vrstvou TiN/TiB<sub>2</sub> s názvem **Nanocomp**. Také vrstva TiBC/TiB<sub>2</sub>+TiN splnila stanovené požadavky. Nanesená vrchní vrstva DLC Hardcomp (ta-C) metodou PVD měla nízkou adhezi k substrátu. Bylo nutné vrstvu odpovlakovat, následně nanesení povlaku DLC Comp (a-C:H) metodou PACVD.

Pro objektivní vyhodnocení bude třeba provádět více technologických zkoušek pro ověření trvanlivosti břitů nástroje, protože použitý střížný nástroj je jen součástí celého střížného sdruženého systému, kde i ostatní díly mohou mít vliv na délku trvanlivosti.

Je samozřejmostí, že při trojnásobném prodloužení trvanlivosti břitů nástroje v případě povlaku Nanocomp není zanedbatelná i ekonomická stránka věci. Při průměrném počtu 3000 rázu nástroje za směnu dojde jak k časovým úsporám při výměně nástroje na stříhacím zařízení, tak se sníží i náklady na výrobu nástrojů nových.

Konkrétní vyčíslení finančních úspor neuvádím, vzhledem k tomu, že firma kde byly prováděny provozní testy, si tyto údaje chrání, neboť jsou součástí ekonomické politiky firmy a jsou považovány za interní.

Děkuji doc. Ing. J. Podjuklové, CSc. z katedry mechanické technologie VŠB- TU Ostrava za vedení a odbornou pomoc. Poděkování patří také firmě VÚHŽ, a.s. za možnost vypracovat diplomovou práci, Ing. M. Loudovi PhD, za cenné rady. Ing. R. Gaborovi z Laboratoří a zkušeben VÚHŽ, a.s. a také Ing. Z. Rožkowi PhD, z Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace - Technické Univerzity Liberec, za metodickou pomoc při experimentálních pracích.

## 16 POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Vnitropodniková literatura společnosti VUHŽ, a.s.
- [2] MOHYLA, Miroslav. *Technologie povrchových úprav kovů*. 3. vydání. Ostrava: VŠB - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA, 2006. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.
- [3] PODJUKLOVÁ, Jitka. *Speciální technologie povrchových úprav*. 1. vydání. Ostrava: VŠB - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA, 1994. 76 s. ISBN 80-7078-235-8.
- [4] SCHMIDTOVÁ. *Magnetronové naprašování*. In: [online]. [cit. 2013-01-21]. Dostupné z: <<http://www.chempoint.cz/magnetronove-naprasovani>>
- [5] MADORSKY, Yury a Matthew THOMPSON. *Coating for stamping and forming tools: Three options for improved wear*. In: [online]. [cit. 2013-01-21]. Dostupné z: <<http://www.thefabricator.com/article/toolanddie/coating-for-stamping-and-forming-tools>>
- [6] WISSUWA, Eckhard a Stefan SCHOLZE. *Povlakované nástroje zaručují vyšší hospodárnost*. In: [online]. [cit. 2013-01-21]. Dostupné z: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/povlakovane-nastroje-zarucuji-vyssi-hospodarnost.html>>
- [7] VALTER, Jan a Jiří VYSKOČIL. *Plazmové povlakování*. In: [online]. [cit. 2013-01-21]. Dostupné z: <<http://www.strojarstvo.sk/inc/index.php?ln=SK&tl=3&tpl=archiv.php&ids=2&cislo=9/2000&idclan=70>>
- [8] ZINDULKA, Ondřej. *Moderní metody povlakování nástrojů*. In: [online]. [cit. 2013-02-19]. Dostupné z: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/moderni-metody-povlakovani-nastroju.html>>
- [9] HOLUBÁŘ a Mojmír JÍLEK. *Moderní PVD povlaky pro řezné aplikace a tváření*. In: [online]. [cit. 2013-02-20]. Dostupné z: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/moderni-pvd-povlaky-pro-rezne-aplikace-a-tvareni.html>>
- [10] ROBERTSON J. *Diamond like amorphous carbon*. Materials Science and Engineering R37. 2002. Str. 129 - 281.
- [11] ZINDULKA, Ondřej. *Moderní metody povlakování nástrojů*. In: [online]. [cit. 2013-02-21]. Dostupné z: <<http://shm-cz.cz/files/literatura/31.pdf>>
- [12] *Tool Coating Technology*. In: [online]. [cit. 2013-02-22]. Dostupné z: <<http://www.hauzertechnocoating.com/en/coating-application/tool-applications/tool-coating-technology/>>

- [13] *Tenké vrstvy*. In: [online]. [cit. 2013-02-24]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_fel\\_2.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_2.pdf)
- [14] Borer Industry: *Product data sheets*. In: [online]. [cit. 2013-03-02]. Dostupné z: <http://www.borer.ch/en/products/borer-industry/>
- [15] Novatec: *Business and Applications*. [online]. [cit. 2013-03-02]. Dostupné z: <http://www.novatec.it/produzione.php?lang=2>
- [16] ŠÍMA, Michal, Mojmír JÍLEK, Pavel HOLUBÁŘ a Ondřej ZINDULKA. *Měření vlastností povlaků na nástrojích*. In: [online]. [cit. 2013-03-04]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich.html>
- [17] ZINDULKA, Ondřej. *Tlustá PVD vrstva pro tvářecí aplikace*. In: [online]. [cit. 2013-03-04]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/tlusta-pvd-vrstva-pro-tvareci-aplikace.html>
- [18] HOLUBÁŘ, Pavel, Mojmír JÍLEK a Milan RŮŽIČKA. *Moderní PVD povlaky pro řezné aplikace a tváření*. In: [online]. [cit. 2013-03-05]. Dostupné z: <http://shm-cz.cz/files/literatura/30.pdf>
- [19] BURAKOWSKI, Tadeusz a Tadeusz WIERZCHOŃ. *Surface engineering of metals: Principles, Equipment, Technologies*. Boca Raton, Florida, USA: CRC Press LLC, 1999. ISBN 0-8493-8225-4.
- [20] Tenké vrstvy: Kalotest. [online]. [cit. 2013-03-05]. Dostupné z: <http://www.ateam.zcu.cz/kalotest.html>
- [21] DVOŘÁK, Milan a Markéta ZIMOLOVÁ. *Vliv morfologie povrchu na kvalitu tvářeného dílce*. In: [online]. [cit. 2013-03-27]. Dostupné z: [http://www.metal2012.com/files/proceedings/metal\\_05/papers/142.pdf](http://www.metal2012.com/files/proceedings/metal_05/papers/142.pdf)
- [22] ZINDULKA, Ondřej. *Měření vlastností povlaků na nástrojích*. In: [online]. [cit. 2013-03-27]. Dostupné z: <http://shm-cz.cz/files/literatura/29.pdf>
- [23] *Měření jednotlivých vlastností vrstev*. In: [online]. [cit. 2013-03-07]. Dostupné z: <http://shm-cz.cz/cs/technicke-informace/mereni>
- [24] *Tenké vrstvy: Aplikace, metody, hodnocení*. In: [online]. [cit. 2013-03-07]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [25] *Zkoušky tvrdosti*. In: [online]. [cit. 2013-03-07]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrlosti.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf)
- [26] *Oceli Bohler: nástrojové oceli*. In: [online]. [cit. 2013-03-27]. Dostupné z: [http://www.bohler-uddeholm.cz/oceli\\_bohler.htm](http://www.bohler-uddeholm.cz/oceli_bohler.htm)



- [27] ČSN EN 1071-3. *Speciální technická keramika-Zkušební metody keramických povlaků: Část 3: Stanovení přilnavosti zkouškou vrypem*. Praha: Český Normalizační Institut, 2006.
- [28] LEDRAPPIERA, F., L. HOUZEA a C. HEAUA. *Tenké povlaky pro snížení ztrát třením*. In: [online]. 2008 [cit. 2013-04-17]. Dostupné z: <<http://konference.tanger.cz/data/metal2008/sbornik/Lists/PrispevekList.htm>>
- [29] TICHÁ, Šárka. *Strojírenská metrologie: Část 1*. Ostrava: VŠB - Technická Univerzita Ostrava, 2008. ISBN 978-80-248-0671-6.